

Министерство образования и науки Российской Федерации  
Уральский федеральный университет  
имени первого Президента России Б. Н. Ельцина

# **НИЗКОРАЗМЕРНЫЕ ДЕТЕКТОРНЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ УСТРОЙСТВ РАДИАЦИОННОЙ ФИЗИКИ**

Под общей редакцией *Б. В. Шульгина*

Екатеринбург  
УрФУ  
2014

УДК001.894 (088.82:072.8)

ББК 22.379.34

Н61

Авторы: А. В. Ищенко, А. Н. Черепанов, Б. В. Шульгин, И. А. Вайнштейн,  
А. С. Вохминцев

Рецензенты: д-р тех. наук ст. науч. сотр. лаборатории технической диагностики Института машиноведения УрО РАН А. П. Владимиров;  
канд. хим. наук завлабораторией химии соединений РЗЭ ИХТТ УрО РАН  
В. Д. Журавлев

**Низкоразмерные детекторные материалы** для устройств радиационной физики / А. В. Ищенко [и др.]; под общ. ред. проф. Б. В. Шульгина. Екатеринбург: УрФУ, 2014. 184 с.

ISBN 978-5-321-02387-7

В монографии приведены описания патентных документов в области низкоразмерных, волоконных и наноструктурированных детекторных материалов для устройств радиационной физики, разработанных сотрудниками Научно-образовательного центра «Наноматериалы и нанотехнологии». Патентообладателем приведенных патентных документов является УрФУ. Издание может быть использовано студентами, обучающимися по направлениям «Электроника и наноэлектроника», «Ядерная физика и технологии», «Биомедицинская техника», «Приборостроение».

ISBN 978-5-321-02387-7

© Уральский федеральный  
университет, 2014

# ОГЛАВЛЕНИЕ

<b>ПРЕДИСЛОВИЕ .....</b>	<b>5</b>
--------------------------	----------

## **РАЗДЕЛ А**

<b>НОЦ «НАНОМАТЕРИАЛЫ И НАНОТЕХНОЛОГИИ» .....</b>	<b>6</b>
---	----------

Сканирующие зондовые методы.....	8
Сканирующая электронная микроскопия .....	12
Цифровая микроскопия .....	14
Наноэлектроника.....	16
Моделирование наносистем.....	19
Оптическая спектроскопия и нанофотоника.....	22
Система «НАНОФАБ-100» .....	25

## **РАЗДЕЛ Б**

<b>ОБЗОР ПАТЕНТНЫХ РАЗРАБОТОК .....</b>	<b>27</b>
---	-----------

Наноструктурированные оксидные и нитридные системы радиационно-оптического назначения .....	27
Оксидные материалы .....	27
Нитридные материалы .....	32
Другие материалы .....	33
Конструкции дозиметрических устройств.....	34
Дозиметры с оптической стимуляцией.....	34
Дозиметры с термической стимуляцией .....	38
Дозиметры с комбинированной стимуляцией .....	41
Устройства регистрации излучений .....	47
Детекторы УФ-излучения.....	60

## **РАЗДЕЛ В**

<b>ОПИСАНИЯ ПАТЕНТНЫХ ДОКУМЕНТОВ .....</b>	<b>63</b>
--	-----------

Пат. 2347741 РФ. Способ получения нанокристаллических покрытий на основе нанокристаллов фторида лития или фторида натрия.....	63
---	----

ПАТ. 2348923 РФ. СПОСОБ ОБНАРУЖЕНИЯ НАНОРАЗМЕРНОЙ ФРАКЦИИ КРИСТАЛЛОВ ФТОРИДА НАТРИЯ НА ПОДЛОЖКЕ .....	76
ПАТ. 2357273 РФ. СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ РАБОЧЕГО ВЕЩЕСТВА ДЛЯ ТЕРМОЛЮМИНЕСЦЕНТНОГО ДЕТЕКТОРА НЕЙТРОНОВ .....	92
ПАТ. 2361239 РФ. СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ВОЛОКОННЫХ СЦИНТИЛЛЯТОРОВ .....	101
ПАТ. 2400774 РФ. ФОТОПРИЕМНОЕ УСТРОЙСТВО .....	106
ПАТ. 2411280 РФ. СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ДВУСЛОЙНОГО ВОЛОКОННОГО СЦИНТИЛЛЯТОРА.....	111
ПАТ. 2423333 РФ. СПОСОБ ОБРАБОТКИ НАНОРАЗМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ .....	117
ПАТ. 2435157 и 2454657 РФ. СПОСОБ И УСТРОЙСТВО ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛА С ПРОСТРАНСТВЕННЫМ МИКРО- ИЛИ НАНОМАСШТАБНЫМ РАЗРЕШЕНИЕМ .....	124
ПАТ. 2441256 РФ. СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ ДЕТЕКТОР ЭЛЕКТРОННОГО И $\beta$ -ИЗЛУЧЕНИЯ .....	140
ПАТ. 2473925 и 2473926 РФ. СПОСОБ И УСТРОЙСТВО ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОГЛОЩЕННОЙ ДОЗЫ $\beta$ -ИЗЛУЧЕНИЯ В ТВЕРДОТЕЛЬНОМ ТЕРМОЛЮМИНЕСЦЕНТНОМ ДЕТЕКТОРЕ.....	147
ПАТ. 98826 РФ НА ПОЛЕЗНУЮ МОДЕЛЬ. СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ ДЕТЕКТОР .....	159
ЗАЯВКА 2010107507 РФ. СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ ДЕТЕКТОР ДЛЯ РЕГИСТРАЦИИ ТЕПЛОВЫХ НЕЙТРОНОВ .....	164
ЗАЯВКА 2010123257 РФ. ЗОНД ДЛЯ СКАНИРУЮЩЕЙ МИКРОСКОПИИ.....	173
<b>ЗАКЛЮЧЕНИЕ .....</b>	<b>177</b>
<b>БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК .....</b>	<b>178</b>

## ПРЕДИСЛОВИЕ

Относительно новый для России термин «Интеллектуальная собственность» уверенно входит в научную деятельность не только университетских ученых, но и студентов. Для будущих и настоящих менеджеров, предпринимателей, бизнесменов интеллектуальная собственность становится важнейшим инструментом повышения конкурентоспособности продукции, залогом успешных продаж и собственно предметом продаж. Интеллектуальная собственность является одним из важнейших факторов государственного регулирования экономики, одним из рычагов государственной поддержки инновационных планов и научно-технических разработок.

Согласно разрабатываемой в УрФУ концепции инновационной инженерии выпускник технического университета должен уметь не только создавать новые знания и технологии, но и обеспечивать их правовую охрану и коммерциализацию. Одним из шагов в подготовке этой относительно новой для вузов, но очень важной компетенции является активное вовлечение студентов и аспирантов в изобретательскую деятельность.

В сборнике представлены обзорные материалы, посвященные наноматериалам в области детектирования ионизирующих излучений и сведения о патентных разработках на уровне устройств на базе низкоразмерных материалов, авторами которых являются преподаватели, сотрудники и студенты Научно-образовательного центра «Наноматериалы и нанотехнологии» УрФУ. Приведены описания изобретений только в рамках тематики «Низкоразмерные детекторные материалы для устройств радиационной физики» за время функционирования НОЦ «Нанотех». Представленные изобретения относятся к области материаловедения и конструированию устройств на их основе.

В описания изобретений для соблюдения единообразия по всему тексту сборника внесены незначительные редакционные правки. Полные описания патентов РФ можно также найти на интернет-сайте Федеральной службы по интеллектуальной собственности (Роспатент) ([www.fips.ru](http://www.fips.ru)).

## **РАЗДЕЛ А**

### **НОЦ «НАНОМАТЕРИАЛЫ И НАНОТЕХНОЛОГИИ»**

Создание НОЦ «Наноматериалы и нанотехнологии» в Уральском федеральном университете, также как и создание подобных научно-образовательных центров, началось с президентской инициативы «Стратегия развития nanoиндустрии». В рамках данной стратегии определена федеральная целевая программа «Развитие инфраструктуры nanoиндустрии в Российской Федерации на 2008—2011 годы» в редакции постановления Правительства Российской Федерации от 21 июня 2010 года № 471, являющаяся одним из основных инструментов государственной политики в сфере нанотехнологий.

Инфраструктура nanoиндустрии создается не для отдельных организаций, а в виде инфраструктуры национальной нанотехнологической сети, представляющей собой совокупность различных организационно-правовых форм, выполняющих фундаментальные и прикладные исследования, осуществляющих разработки и коммерциализацию технологий, деятельность которых в этой области координируется федеральными органами исполнительной власти на межотраслевом уровне. Важнейшими элементами формируемой инфраструктуры nanoиндустрии является производственно-технологическая и приборно-инструментальная составляющая, которая характеризует материально-техническую и метрологическую базы различных направлений развития nanoиндустрии.

УрФУ вошел в состав национальной нанотехнологической сети (ННС) наряду с ведущими образовательными учреждениями высшего профессионального образования РФ, которые осуществляют научно-образовательную деятельность в сфере nanoиндустрии и были отобраны на конкурсной основе. Согласно принятой Программе основными функциями УрФУ в научно-образовательной деятельности в сфере nanoиндустрии являются:

– интеграция научной и образовательной деятельности для подготовки специалистов с высшим образованием всех уровней (бакалавров (с фундаментальной базовой подготовкой), специалистов,

магистров, аспирантов и докторантов) и выполнения научных исследований и разработок мирового класса;

- обеспечение взаимодействия с академическим и отраслевым секторами науки, включая привлечение ученых и специалистов данных секторов к преподавательской деятельности;
- участие в разработке программ обучения и популяризации знаний в области нанотехнологий как единой технологической культуры нового века.

В целом реализация мероприятия Программы по созданию НОЦ «Наноматериалы и нанотехнологии» обеспечивает инновационную активность Уральского федерального университета в сфере наноиндустрии и создает необходимую узловую инновационную инфраструктуру в Свердловской области. Создание центра также способствует дальнейшему развитию научно-технического и технологического потенциала университета и субъекта РФ и создает необходимые предпосылки для дальнейшего научно-технического прогресса и повышения конкурентоспособности российской экономики.

В рамках созданного центра решаются следующие задачи:

- разработка новых образовательных программ и современных методологических подходов, развивающих и объединяющих фундаментальные научные исследования и учебный процесс;
- обеспечение взаимодействия фундаментальной и прикладной науки с образовательным процессом на всех его стадиях, включая использование результатов научно-исследовательских работ в лекционных курсах;
- применение приборной базы для выполнения учебно-исследовательских, лабораторных и курсовых работ и преддипломной практики;
- формирование учебных групп углубленной подготовки;
- создание индивидуальных целевых учебных программ;
- проведение фундаментальных и прикладных НИР и НИОКР в области нанотехнологий с учетом современных требований нанометрологии, сертификации и стандартизации;
- обеспечение технической и правовой поддержки деятельности по коммерциализации результатов НИОКР в области нанотехнологий, наноматериалов и наносистем;

– обеспечение методического сопровождения новых форм дополнительного профессионального образования.

В 2010–2011 году в рамках ФЦП «Развитие инфраструктуры наноиндустрии в Российской Федерации на 2008–2011 годы» и программы развития УрФУ закуплено оборудование на сумму свыше 90 млн руб. для формирования учебно-исследовательских лабораторий, практически не имеющих аналогов в России.

В настоящее время в НОЦ «Нанотех» создана современная хорошо оснащенная учебная площадка, где одновременно могут заниматься до 50 человек – бакалавры старших курсов, магистранты и аспиранты различных институтов по инженерно-техническим и естественно-научным направлениям, проводятся занятия групп по повышению квалификации специалистов наноиндустрии, научные семинары, мастер-классы по презентации современного исследовательского оборудования и т. д.

На сегодняшний день в состав НОЦ «Нанотех» входят специализированные лаборатории:

- «Сканирующие зондовые методы»;
- «Сканирующая электронная микроскопия»;
- «Цифровая микроскопия»;
- «Наноэлектроника»;
- «Моделирование наносистем»;
- «Оптическая спектроскопия и нанофотоника»;
- «Нанофаб-100».

### **Сканирующие зондовые методы**

В лаборатории «Сканирующие зондовые методы» находится оборудование, позволяющее осуществлять практически весь спектр зондовых исследований и испытаний поверхности твердых тел и жидкостей. Некоторые виды оборудования имеются в нескольких экземплярах, что позволяет проводить учебные занятия и лабораторные работы.

Основу лаборатории составляют сканирующие многофункциональные зондовые микроскопы с полным управлением через Интернет «ФемтоСкан On-line» (рис. 1), позволяющий проводить исследования с использованием более 50 различных режимов сканирующей зондовой микроскопии. В них входят:



- контактная атомно-силовая микроскопия;
- резонансная атомно-силовая микроскопия;
- бесконтактная атомно-силовая микроскопия;
- сканирующая фрикционная микроскопия;
- сканирующая туннельная микроскопия;
- туннельная спектроскопия;
- сканирующая резистивная микроскопия;
- электростатическая микроскопия;
- магнитно-силовая микроскопия;
- силовое картирование поверхности;
- нанолитография и другие.



Рис. 1. Сканирующий зондовый микроскоп «ФемтоСкан»

Микроскоп «ФемтоСкан» является основным инструментом для проведения научных исследований и лабораторных работ для студентов и магистрантов. В рамках этих работ происходит подробное изучение принципов работы атомно-силового микроскопа в различных измерительных конфигурациях СЗМ: в контактном и полуконтактном режимах АСМ, методик СТМ, а также проведение исследований различных механических, магнитных и электрических свойств материалов с нанометровым пространственным разрешением. В составе лаборатории имеются три микроскопа «Фем-

тоСкан». На рис. 2–3 приведены примеры изображений, полученных на микроскопе в резонансном режиме.

Для исследования механических характеристик в наномасштабе в лаборатории имеется две системы для наномеханических испытаний Hysitron TI 750 Ubi (рис. 4).

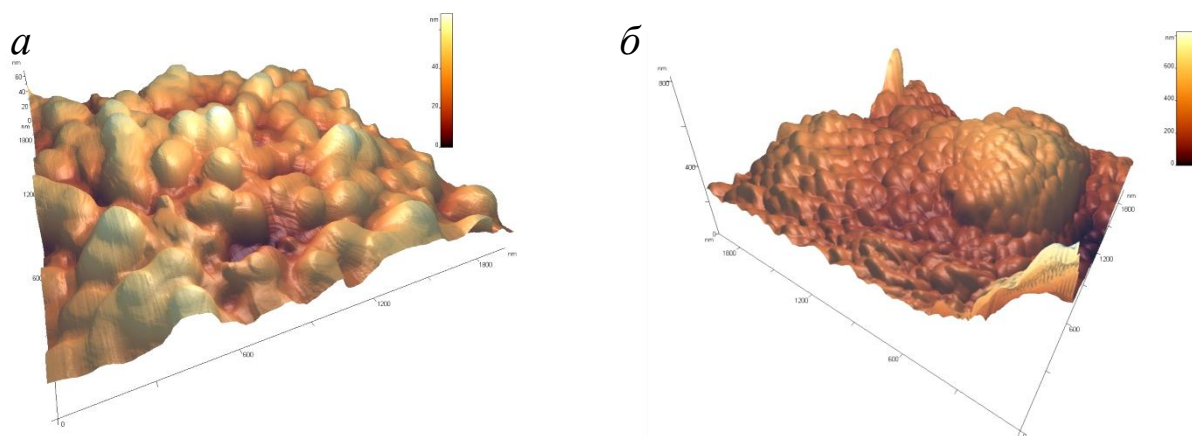


Рис. 2. Структура поверхности наноразмерных материалов оксида алюминия (а) и поверхность пленки сульфида свинца (б), измеренные на микроскопе «ФемтоСкан» в резонансном режиме

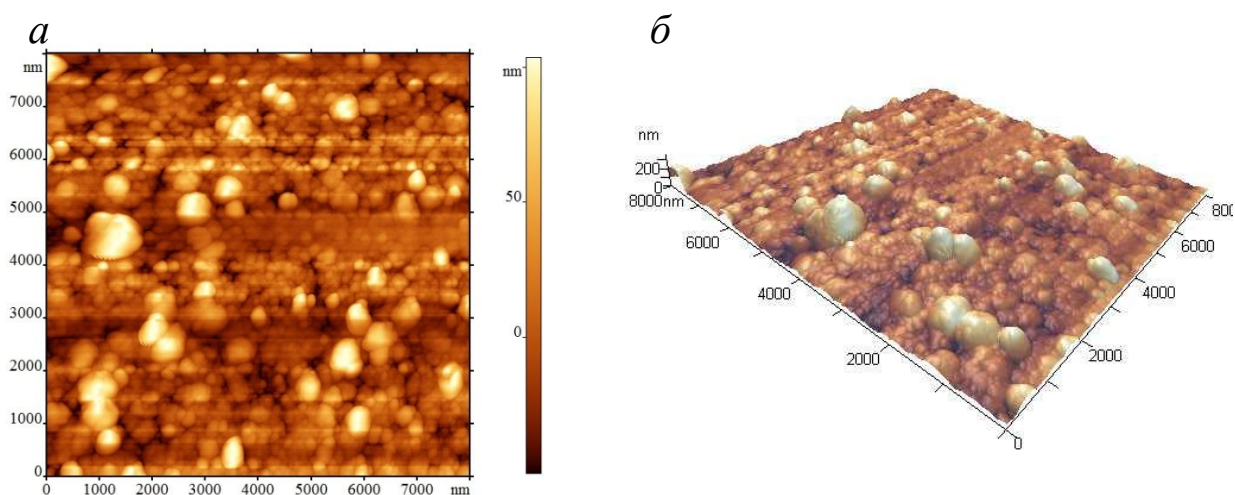


Рис. 3. Изображения поверхности тонкой пленки оксида цинка, полученные в резонансном режиме на микроскопе «Фемтоскан»

Системы являются автономными комплексами для широкого спектра квазистатических испытаний посредством индентирования. Нанометровое разрешение визуализации и позиционирования зонда позволяет анализировать MEMS структуры, наночастицы, а также проводить механический анализ нанокпозиционных материалов.

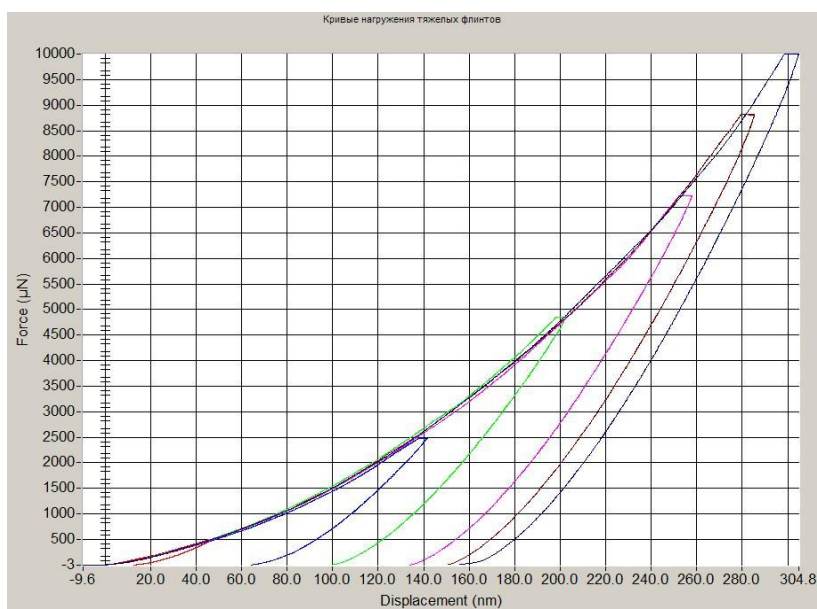
*a**б*

Рис. 4. Наноиндентер и скретч-тестер Hysitron TI 750 Ubi (*a*) и кривые нагружения с различной максимальной нагрузкой индентирования (*б*)

С применением систем Hysitron TI 750 Ubi в лаборатории проводятся обучающие и научно-исследовательские работы по изучению механических свойств различных материалов, включая керамику, металлы, стекла, полимеры, биомедицинские материалы и биологические образцы. В рамках подобных исследований можно получить такие экспериментальные данные о материале, как твердость, модуль упругости, параметры вязкости и сопротивление царапанию, коэффициенты трения, износа и адгезионные параметры тонких пленок. Одной из основных задач работ на системах наномеханических испытаний является исследование развития трещин при индентировании и проведение скретч-тестов с определением коэффициента трения и усилия разрушения поверхности при независимом измерении латеральных сил.

Примеры изображений, полученных на установках Hysitron TI 750 Ubi, приведены на рис. 5–6.



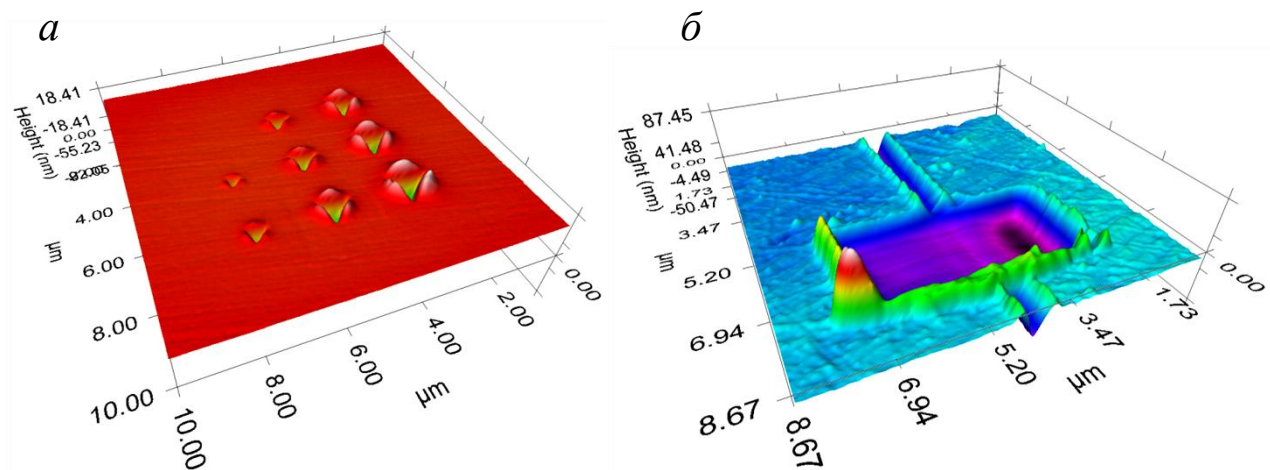


Рис. 5. Исследование механических свойств поверхности магнитных накопителей в наномасштабе. Результаты наноиндентирования (а), скретч-теста и теста поверхности на износ (б), измеренные на наноиндентере Hysitron TI 750 Ubi

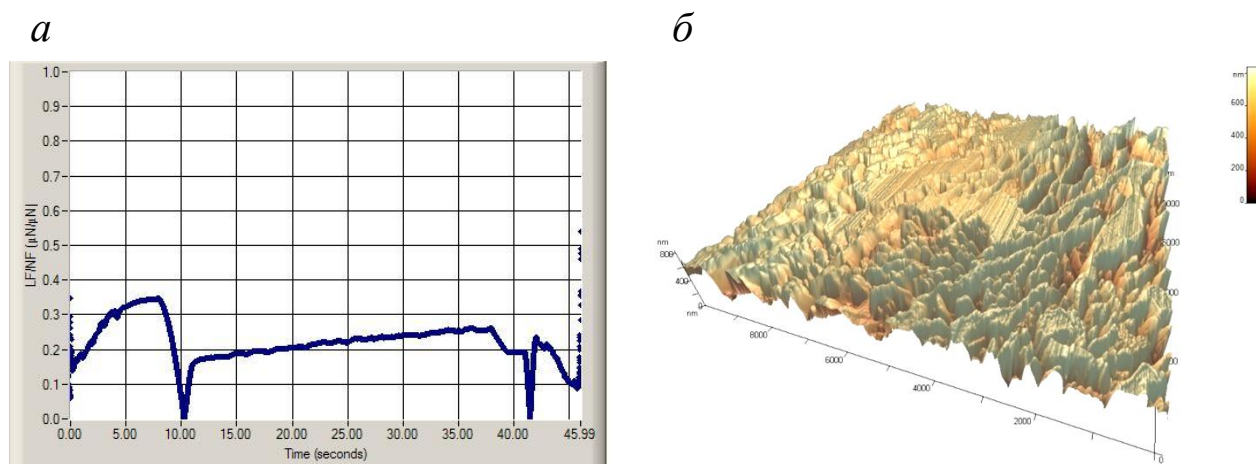


Рис. 6. Общий вид изменения коэффициента трения при скретч-тестах (а) и исследование поверхности внеземного вещества (б)

## Сканирующая электронная микроскопия

Основу лаборатории сканирующей электронной микроскопии составляет растровый электронный микроскоп SIGMA VP компании «Carl Zeiss» (рис. 7). Применение технологии GEMINI обеспечивает высокое качество изображения, точные аналитические результаты и возможность работы с материалами любого типа.



Рис. 7. Растровый электронный микроскоп SIGMA VP

В качестве источника электронов в микроскопе используется катод с полевой эмиссией (катод Шоттки) с возможностью варьирования ускоряющих напряжений от 0,2 до 30 кВ.

Пространственное разрешение:

- 1 нм в режиме высокого вакуума при 30 кВ;
- 1,3 нм в режиме высокого вакуума при 20 кВ;
- 2,8 нм в режиме высокого вакуума при 1 кВ.

Вакуумная система обеспечивает работу в режиме высокого вакуума в камере  $10^{-2}$  Па, в области катода до  $3 \cdot 10^{-7}$  Па. Диапазон увеличений 12–1 000 000х. Возможность плавного изменения тока зонда в диапазоне от 4 пА до 100 нА. Возможность исследовать образцы диаметром до 250 мм и длиной до 145 мм. Максимальный размер получаемого изображения 16 000х16 000 пикселей.

Для исследования структуры поверхности электронный микроскоп оснащен детекторами:

- вторичных электронов типа Эверхарта-Торнли;
- обратно-рассеянных электронов сцинтилляторного типа на основе высокочувствительного YAG-кристалла;
- обратно-рассеянных электронов (In-lens), встроенного в полюсный наконечник колонны;
- вторичных электронов типа Эверхарта-Торнли для режима пониженного вакуума;

- прошедших через образец электронов для работы в режиме просвечивающей электронной микроскопии;
- поглощенного тока.

Данный микроскоп является одним из основных рабочих инструментов при исследовании низкоразмерных структур, синтезируемых в НОЦ «Нанотех». На его основе предложены способ и устройство для исследования люминесцентных свойств материала с пространственным микро- или наномасштабным разрешением, на которые получены патенты РФ на изобретения № 2435157 и 2454657. Изобретения направлены на получение новых знаний о низкоразмерных материалах, их описания приведены в данной книге в разделе «В» «Описание патентных документов».

В лаборатории сканирующей электронной микроскопии НОЦ «Нанотех» исследуются материалы, синтезированные в других лабораториях НОЦ: углеродные нанотрубки, пористые наноструктуры на основе оксидных соединений, тонкие пленки. Также активно исследуются свойства метеоритного вещества на микроуровне.

## **Цифровая микроскопия**

Лаборатория оптической цифровой микроскопии имеет в своем составе два различных типа оптических микроскопа: материаловедческий инвертированный микроскоп Axio 40 MAT (рис. 8) и нелазерный конфокальный микроскоп Axio CSM 700 (рис. 9). Оба микроскопа произведены компанией «Carl Zeiss».

Микроскоп Axio 40 MAT предоставляет возможности качественного и количественного исследования различных материалов, что обеспечивается современной комплектацией (объективы x10, x20, x50, x100, компенсатор  $\lambda \pm 10^\circ$ , анализатор  $90^\circ$ , цифровая камера AxioCam) и доступными режимами его работы (светлое поле, темное поле и поляризационный контраст в отраженном свете). Программный пакет AxioVision позволяет осуществлять цифровую обработку изображений и элементы их анализа.

Возможность анализа параметров шероховатости материалов, измерение геометрических параметров объектов, в т. ч. измерение толщины нанопленок, обусловлены возможностью выполнения измерений по оси z с использованием конфокального микроскопа.



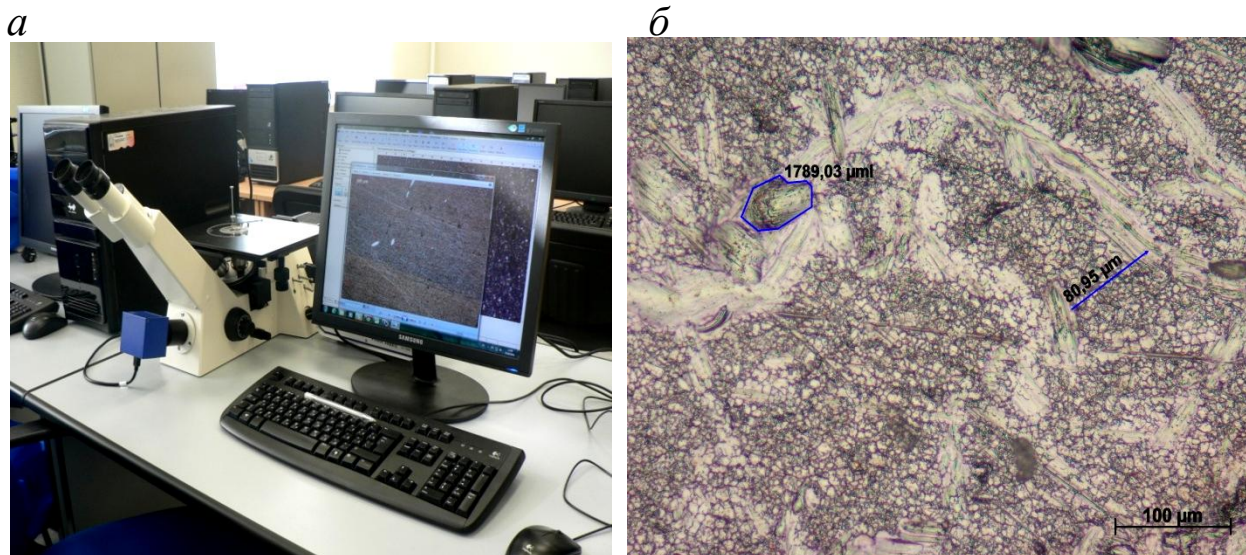


Рис. 8. Инвертированный материаловедческий оптический микроскоп Axio 40 MAT (а) и снимок, полученный на этом микроскопе (б)

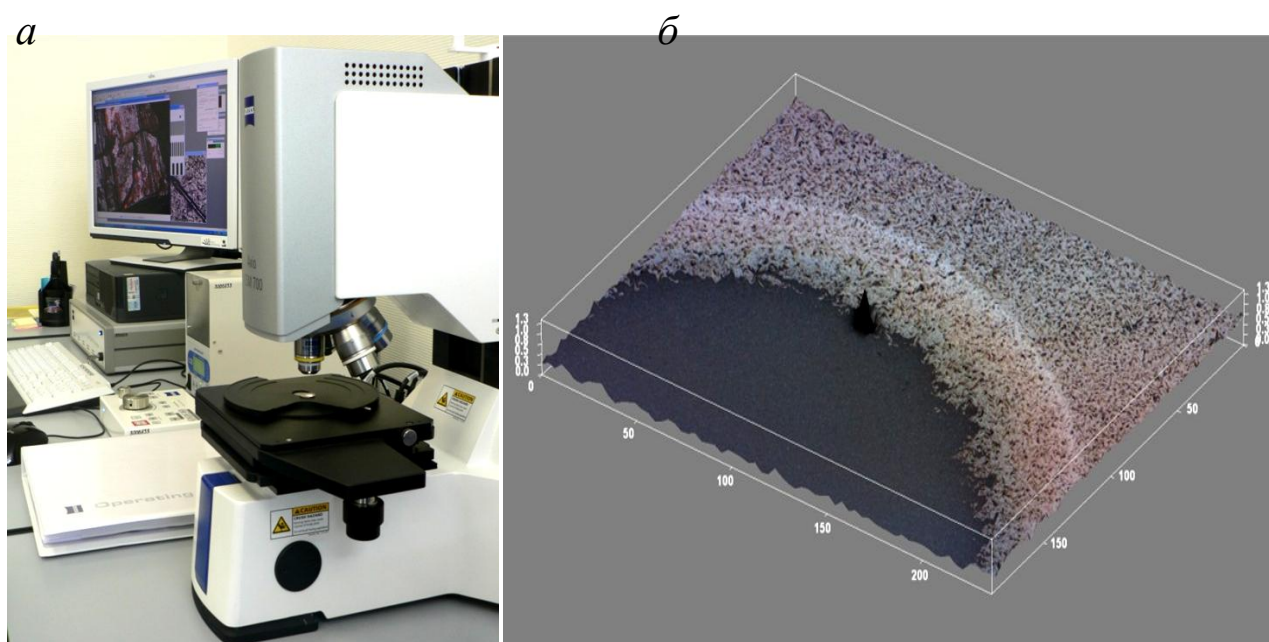


Рис. 9. Конфокальный не лазерный микроскоп Axio CSM 700 (а) и полученное на нем изображение тонкой пленки PbS (б)

Особенности конструкции конфокального нелазерного сканирующего микроскопа Axio CSM 700 с программным управлением для задач материаловедения заключаются в следующем. В качестве осветителя использована ксеноновая лампа (диапазон 400–700 нм). Специальная конструкция подсветки в виде многощелевого освещения. Конфокальность генерируется положением CCD-матрицы. Изображения обладают естественными цветами. Скорость сканирования изображений в конфокальном режиме 7,5 кадр/с с разрешением 1280x1024 пикселей. Изображения с широким полем зрения сканируются с высокой скоростью – 117 кадр/с. Предельное

латеральное разрешение 320 нм. Микроскоп обладает высокой точностью измерений по Z оси около 30 нм и оснащен виброзащитой, которая встроена в штатив. Разрядность данных изображений в режиме RGB 3x8 бит. Микроскоп имеет сменные объективы X10, X20, X50, X100.

Как и большинство оборудования в НОЦ «Нанотех», имеющиеся микроскопы предназначены и для проведения лабораторных работ для студентов. В рамках этих работ детально изучаются устройство и принципы работы оптических микроскопов разных типов, выполняется визуальный поиск оптимального режима микроскопического исследования шлифов материала и обосновывается его выбор. Дополнительно настраиваются параметры съемки цифрового изображения и устанавливается его масштаб для абсолютных измерений линейных размеров. С помощью данных микроскопов решаются классические материаловедческие задачи, например, определение размеров зерен, анализ включений, анализ второй фазы и др. С применением конфокального режима на микроскопе Axio CSM 700 исследуется рельеф и фазовый состав поверхности. Микроскоп обладает расширенным фокусом при больших увеличениях и обеспечивает получение качественных 2D- и 3D-изображений при максимальном общем увеличении изображения (оптическом и цифровом) 1452 крат.

### **Нанoeлектроника**

Учебно-исследовательская лаборатория предназначена для подготовки компетентных специалистов в области нанотехнологий и систем автоматизации физического эксперимента.

Основными направлениями, реализованными в лаборатории, являются:

- исследование процессов роста углеродных нанотрубок;
- изучение процессов электрохимического синтеза пористых низкоразмерных материалов;
- исследование и измерение электрических характеристик элементов наноэлектроники (нанодиод, нанотранзистор и т.п.);
- изучение и обучение системам автоматизации научно-исследовательского оборудования;
- проведение законченных циклов экспериментов в области нанотехнологий.



Процесс обучения в лаборатории строится на прохождении учащимся курса специально разработанных лабораторных работ. В курс входит обучение процессу получения углеродных нанотрубок и электрохимическому синтезу пористых низкоразмерных материалов, проведение их исследования с помощью сканирующего зондового микроскопа, а также исследование электрических характеристик элементов наноэлектроники.

С целью повысить компетентность подготавливаемых специалистов обучающиеся не только изучают технику работы на установках, но и самостоятельно разрабатывают в среде LabVIEW системы управления установками, сбора и обработки данных. Такой подход позволяет подготовить специалистов, способных в дальнейшем как использовать, так и принимать участие в разработке и внедрении в промышленность нанотехнологического оборудования и систем.

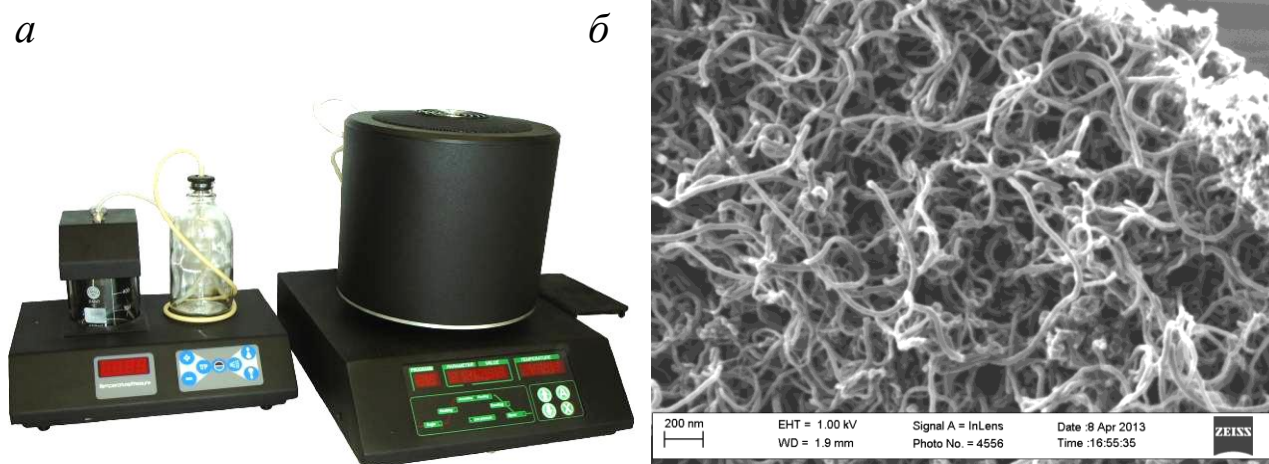


Рис. 10. Установка CVDomna (а) и изображение синтезированных многостенных нанотрубок (б), полученное на электронном микроскопе

Лаборатория оснащена следующим оборудованием. Установка CVDomna (рис. 10) предназначена для получения различных видов углеродных наноструктур (одно- и многостенных нанотрубок, нановолокон, графитовой сажи и т.п.) методом каталитического пиролиза углеродосодержащей парогазовой смеси на подложках и сложных структурах.

Установка Digma предназначена для создания нано-, микро- и мезопористых слоев полупроводников и диэлектриков контролируемой толщины и степени пористости электрохимическим травлением полупроводниковых и металлических материалов. Примеры структур, полученных на установке Digma, приведены на рис. 11.

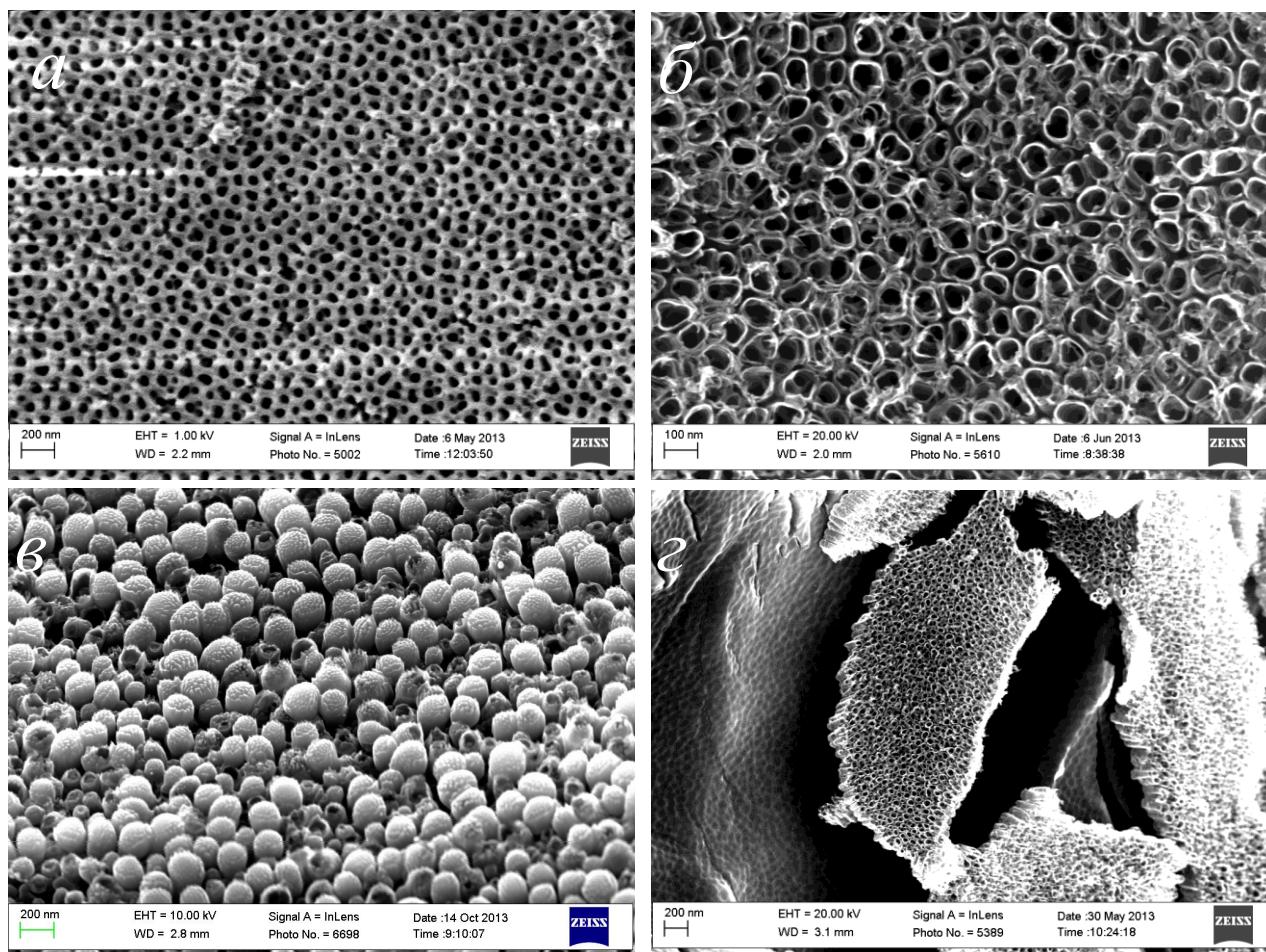


Рис. 11. Пористые наноструктуры оксидов алюминия (*а*) и титана (*б, в, з*), синтезированные на установке «Digma»

Приведенные выше установки по синтезу наноматериалов оснащены модульными приборами на платформе PXI (рис. 12). Аппаратная часть комплексов состоит из модульных приборов разного функционального назначения:

- осциллограф с высоким разрешением NI PXI-5122;
- генератор сигналов произвольной формы NI PXI-5421;
- цифровой генератор-анализатор сигналов NI PXI-6551;
- плата сбора данных M-серии NI PXI-6259;
- цифровой мультиметр NI PXI-4070;
- программируемый источник питания NI PXI-4130;
- матричный коммутатор NI PXI-2535.

В состав модульных приборов входит также несколько комплектов учебных плат с адаптером. Адаптер (Mixed Signal Demo Box) позволяет подключать к учебным платам тестовые сигналы и производить сбор получаемых данных при помощи модульных

приборов PXI. Комплект учебных плат состоит из следующих модулей:

- MI Demo DUT с ЦАП, АЦП и фильтрами, параметры которых можно измерять и тестировать;
- HS Digital Demo DUT содержит микросхему с программируемой логикой (CPLD) для эмуляции различных электронных компонентов, подлежащих тестированию;
- Chip Test DemoDUT с ПЛИС Altera Cyclone II для проведения параметрических тестов постоянного тока по проверке полупроводниковых приборов.



Рис. 12. Измерительный комплекс PXI

### **Моделирование наносистем**

Учебно-методический программный комплекс «Многомасштабное моделирование в нанотехнологиях» представляет собой современный электронный образовательный ресурс в виде интеграционной платформы для компьютерных моделей, алгоритмов и визуализаторов с веб-интерфейсом.

Основные задачи, решаемые комплексом, можно сформулировать следующим образом:

- знакомство с принципами математического моделирования, изучение прикладных программных инструментов;
- применение системного подхода в области проектирования новых материалов и устройств на основе моделирования взаимодействий на субнано-, нано- и микроуровне;

- иллюстрация декомпозиции физико-химических процессов на примере реализации отдельных моделей и многомасштабного подхода к решению сложных задач;
- модернизация научно-исследовательского процесса за счет интеграции инновационных технологий, способствующих систематизации результатов исследований и увеличению эффективности взаимодействия молодых специалистов и экспертов.

Комплекс включает учебно-методические материалы для выполнения работ по компьютерному моделированию в нанотехнологиях. Для наглядности представления учебного материала используются новейшие технологии визуализации: трехмерные модели, интерактивные графики, а также видеоролики, демонстрирующие нанотехнологические процессы.

Учебно-методический комплекс позволяет проводить эксперименты по компьютерному конструированию объектов молекулярного, супрамолекулярного, нано-, микро- и макроуровней; в нем реализованы модели физико-химических и оптических взаимодействий различных структур, а также модели диффузионных и адсорбционных процессов. Некоторые результаты моделирования представлены на рис. 13.

В состав комплекса входят методики моделирования, кратко описанные ниже.

*Конструирование и исследование свойств супрамолекулярных структур.* Методика предназначена для исследования геометрии и относительной стабильности структур супрамолекулы циклодекстрина – краситель Нильский Красный с использованием генетического алгоритма глобальной оптимизации структуры супрамолекулы, образованной двумя молекулами.

*Моделирование и исследование свойств наночастиц.* Методика позволяет моделировать одно- и двухкомпонентные наночастицы с помощью метода дискретных элементов и метода частиц, а также исследовать их свойства на основании геометрических и физико-химических расчетов.

*Моделирование микроструктуры.* Методика позволяет моделировать микроструктуру материалов зернистого строения с помощью плотной упаковки сфер или сферополиэдров, а также ис-



следовать характеристики этой структуры, используя триангуляцию Делоне и полиэдры Вороного.

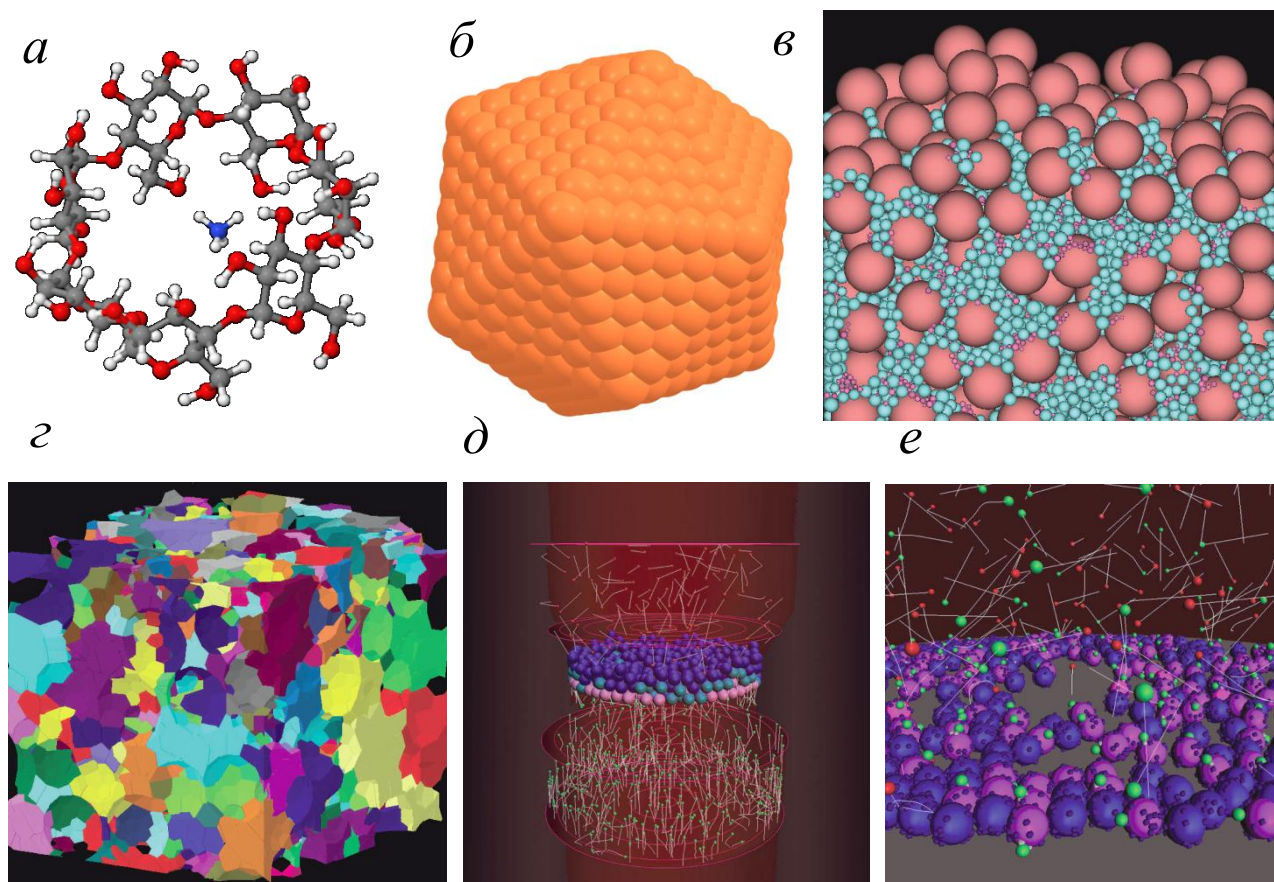


Рис. 13. Результаты моделирования наносистем: супрамолекулярная структура (а), наночастица (б), микроструктура (в), пористая структура наномембраны (г), диффузионные процессы в мембране (д), оптический отклик на сорбцию в ансамбле наночастиц (е)

*Моделирование процессов спекания.* Методика позволяет смоделировать процесс эволюции дисперсной системы, представленной упаковкой сфер, при температурном воздействии.

*Моделирование пористой структуры наномембран.* Используется 3D-реконструкция порового пространства. Методика предназначена для моделирования пористых структур с целью оценить влияние параметров упаковки на характеристики пористости и фильтрационные свойства модели.

*Моделирование самоорганизации наночастиц.* В рамках методики рассматривается последовательное моделирование процесса высыхания капли на вертикальной вращающейся подложке и взаимодействия нано- и микрочастиц в растворителе, в воздушной сре-

де. Также рассматривается взаимодействие частиц с подложкой и процессов их самосборки в различные структуры.

*Моделирование диффузионных процессов в мембранах.* Методика предназначена для моделирования процесса диффузии идеального и двухкомпонентного молекулярного газов в свободном пространстве, т.е. в экспериментальной камере определенной геометрической формы, и через одно- и многослойные мембраны с различной морфологией.

*Адсорбционные и диффузионные процессы взаимодействия молекулярных газов с упорядоченным ансамблем наночастиц.* Методика предназначена для численного расчета характеристик адсорбционных и диффузионных процессов с учетом физико-химических особенностей взаимодействия многокомпонентных газовых смесей с наноструктурированными мембранами и сенсорными слоями различной морфологии.

*Моделирование оптического отклика на сорбцию в ансамбле наночастиц.* Методика направлена на ознакомление с основными принципами моделирования оптического отклика вблизи сенсорного слоя.

Все эти методики позволяют эффективно повышать уровень понимания и расширять область знаний о нанотехнологиях, методах и возможностях моделирования в данной сфере и способствуют формированию новых профессиональных компетенций специалиста, необходимых для работы в инновационной области.

### **Оптическая спектроскопия и нанопотоника**

Лаборатория оптической спектроскопии и нанопотоники является одной из основных исследовательских лабораторий НОЦ «Нанотех». В лаборатории имеется однолучевой люминесцентный спектрометр LS 55 (PerkinElmer Inc., рис. 14), работающий в режимах флуоресценции, фосфоресценции, хими- и биолюминесценции, предназначен для исследования абсорбционных и люминесцентных свойств веществ и низкоразмерных материалов.

Прибор выбран в качестве базового благодаря полной автоматизации и хорошим техническим характеристикам: точность установки длины волны  $\pm 0,1$  нм; спектральный диапазон 200–900 нм; разрешение 0,5 нм; регулируемая щель 2,5–10 нм; соотношение сигнал/шум не менее 1000/1. На основе данного прибора сотрудни-

ками НОЦ созданы установки для исследования свойств светозапа- сания люминесцентных материалов с термической (температурный диапазон 300–870 K) и оптической (лазеры и ксеноновая лампа) стимуляцией. Благодаря этому также расширены возможности базового прибора. Появилась возможность измерения фото- и рент- генolumинесцентных характеристик материалов в широком диапа- зоне температур. В качестве одного из примеров результатов работ на рис. 15 представлен трёхмерный спектр фотolumинесценции квантовых точек InP/ZnS.



Рис. 14. Комплекс для исследования люминесцентных характеристик материалов

Лаборатория оснащена люминесцентной системой для изуче- ния радиационно-оптических свойств материалов InLight (Landauer Inc.). Система (рис. 15) позволяет регистрировать сигналы оптиче- ски стимулированной люминесценции в облученных материалах и проводить персональный дозиметрический мониторинг персонала и другие дозовые измерения. Система также предназначена для проведения лабораторных работ по курсу «Радиационный, тепло- вой и оптический контроль».

Типовые дозиметры системы состоят из корпуса и слайда. Благодаря методу оптически стимулированной люминесценции до- зиметрическая система имеет возможность повторного анализа для

определения доз облучения с производительностью 280 измерений в час. Возможно также проведение периодического анализа при сохранении общей накопленной дозы с возможностью архивирования. Для удобства работы система оснащена сканером штрих-кода с внутренним оптическим считывающим устройством.

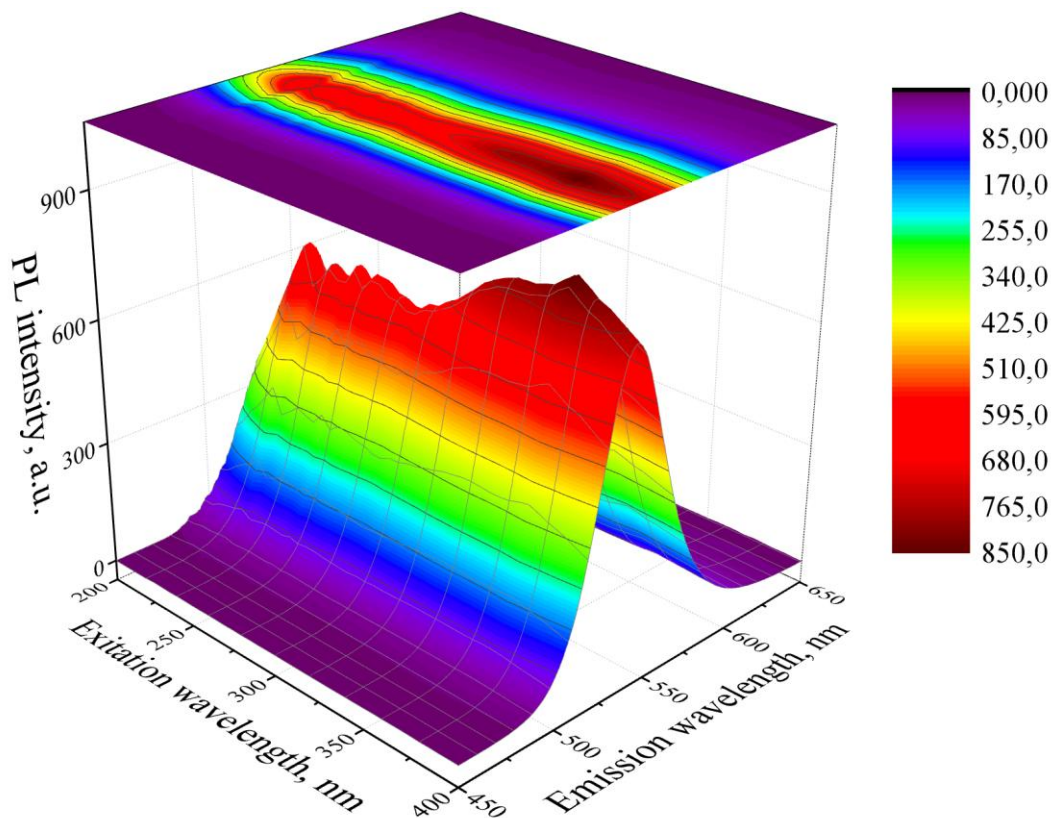


Рис. 15. Трехмерный спектр фотолюминесценции квантовых точек InP/ZnS



Рис. 15. Люминесцентная система для изучения радиационно-оптических свойств материалов InLight



## **Система «Нанофаб-100»**

Сверхвысоковакуумный аналитико-технологический комплекс сконструирован на базе платформы «Нанофаб-100». Спектр возможностей «Нанофаб-100» (изготовитель NT-MDT, Россия) простирается от проведения фундаментальных исследований до отработки отдельных технологических приемов и моделирования нанoeлектронных устройств. Применяемые компоновочные схемы, система управления и развитая транспортная система НТК «Нанофаб-100» позволяют применять их также и для мелкосерийного производства наноструктур и наноустройств.

Система «Нанофаб-100» имеет модульную структуру и содержит следующие структурные единицы:

- радиальный транспортный модуль (рис. 16);
- модуль загрузки образцов (рис. 17);
- модуль плазмохимического травления и осаждения (рис. 17).



Рис. 16. Радиальный транспортный модуль системы «Нанофаб-100»

Радиальный транспортный модуль предназначен для транспортировки пластин диаметром вплоть до 100 мм, автоматизирован шаговыми двигателями и обеспечивает перемещение образца между различными камерами в вакууме не менее  $10^{-10}$  торр. Точность репозиционирования манипулятора по линейной и угловой координате не хуже 0,1 мм и  $0,050^\circ$  соответственно. По периметру камеры на равных угловых расстояниях расположены шесть стыковочных портов с возможностью присоединения отдельных модулей к каждому из портов.

*а**б*

Рис. 17. Модуль загрузки образцов (*а*) и модуль плазмохимического травления и осаждения (*б*)

Модуль загрузки образцов предназначен для загрузки-выгрузки исследуемых образцов из технологических модулей и позволяет загружать и хранить не менее 8 образцов диаметром не менее 100 мм. Измерение давления в камере может быть в диапазоне от атмосферного до  $10^{-10}$  мбар.

Модуль плазмохимического травления и осаждения предназначен для обеспечения сухого травления и очистки широкого спектра полупроводниковых материалов в виде пластин диаметром до 100 мм, а также удаления резистивных масок после операций фотолитографии. В процессе работы температура на образце 600 °С. Мощность индуктивного высокочастотного источника возбуждения плазмы составляет 600 Вт, частота работы – 13,56 МГц. Модуль оборудован четырьмя газовыми каналами с общей производительностью 10–100 см<sup>3</sup>/мин. Диапазон рабочих давлений  $10^{-3}$ –1 торр с предельным вакуумом  $10^{-6}$  торр. Скорость травления большинства материалов лежит в диапазоне от 0,08 до 5 мкм/мин. Скорость осаждения находится в диапазоне 0,01–0,5 мкм/мин. Однородность скорости осаждения и травления по площади составляет  $\pm 5$  %.

## **РАЗДЕЛ Б**

### **ОБЗОР ПАТЕНТНЫХ РАЗРАБОТОК**

#### **Наноструктурированные оксидные и нитридные системы радиационно-оптического назначения**

Патентный поиск проведен с использованием Международной патентной классификации МПК(8): C09K11 («Люминесцентные материалы») и C04B35 («Формованные керамические изделия, характеризующиеся их составом; керамические составы»), базы данных Федеральной службы по интеллектуальной собственности, патентам и товарным знакам России (Роспатент), патентного ведомства США и базы данных Международной и Европейской патентных организаций.

Просмотрено более трехсот патентных документов, выявлено для рассмотрения более 80 патентов и заявок на изобретения. Из них к оксидам кремния относятся 25 документов, к оксидам алюминия – 18, к оксидам иттрия – 10, к оксидам гадолиния – 6, к нитридам алюминия – 15 и к нитридам бора – 8 документов. В некоторых отобранных документах приведены материалы со смешанной информацией.

К патентам по тематике наноматериалов относится 24 документа из всех отобранных. При этом к патентам по тематике наноматериалов с использованием оксидов кремния относится 16 документов, с использованием оксидов алюминия – 4 документа, оксидов гадолиния – 3 и оксидов иттрия – 1. По нитридным соединениям в рамках данного направления патентных источников не получено.

#### **Оксидные материалы**

Наиболее активным разработчиком материалов по рассматриваемой теме является фирма C.R.F. Societa Consortile per Azioni (Turin), занимающаяся разработками в области световых устройств. Отобрано четыре патентных документа фирмы в данной области техники. Начало патентования в этой области относится к 2002 году. Таким же количеством патентов обладает японская фирма Canon Kabushiki Kaisha (Tokyo), занимающаяся люминесцент-

ными материалами с органическими составляющими. Другие заявители имеют не более двух патентов каждый.

В патенте США № 6299797 представлен флуоресцентный материал с улучшенными люминесцентно-оптическими характеристиками, включающий окись иттрия, активированную европием, с размерами частиц 10–100 нм. На рис. 18 приведена спектральная характеристика его люминесценции.

В патенте США № 6300640 описан композитный нанофосфор, включающий оксид гадолиния, который может быть использован в условиях высокоэнергетического рентгеновского излучения. На рис. 19 приведена зависимость интенсивности излучения от размера наночастиц.

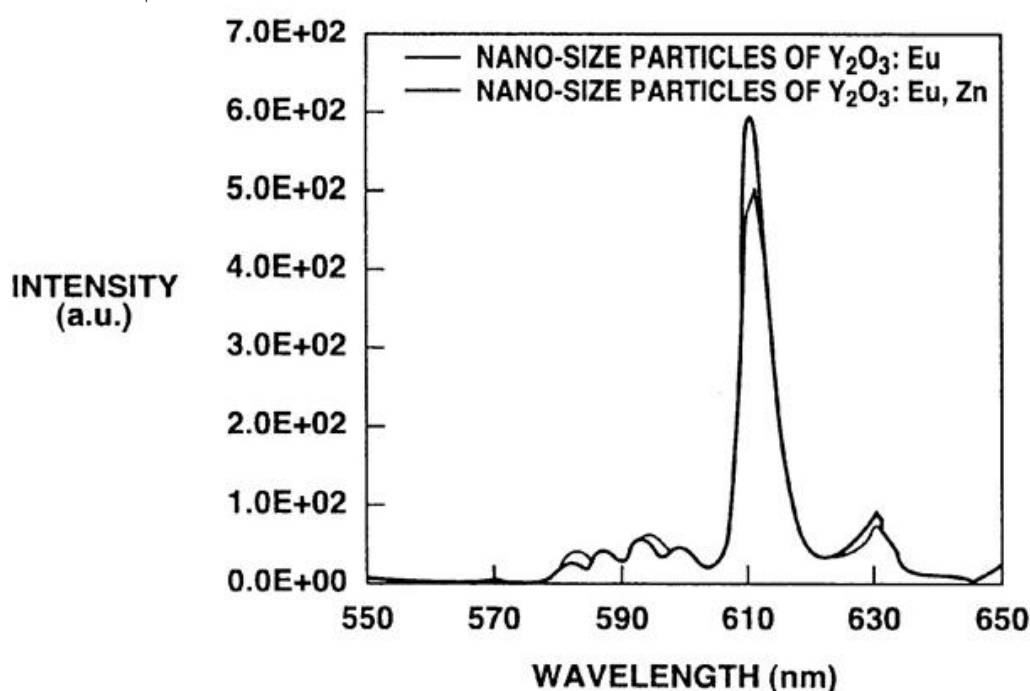


Рис. 18. Спектральная характеристика

В патентах США № 7229600 и 7498005 речь идет о наноматериалах на основе оксидов редкоземельных элементов, в т. ч. гадолиния и иттрия. На рис. 20 изображена блок-схема способа изготовления таких нанопорошков.

Получен патент РФ № 2382810 «Люминесцентный наноструктурный композиционный керамический материал». В данном патенте представлен композит на основе матрицы оксида алюминия в альфа-фазе, содержащий распределенную в матрице нанокристаллическую керамическую фазу алюмосиликата  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ , или алюмосиликата  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ , или их совокупности, взятых в лю-

бом объемном соотношении друг с другом, а также распределенную в матрице оксида алюминия нанокристаллическую керамическую фазу алюмомагниевого шпинели  $MgAl_2O_4$ , имеющую размеры зерен от 1 до 100 нм. Спектр излучения данных приведен на рис. 21.

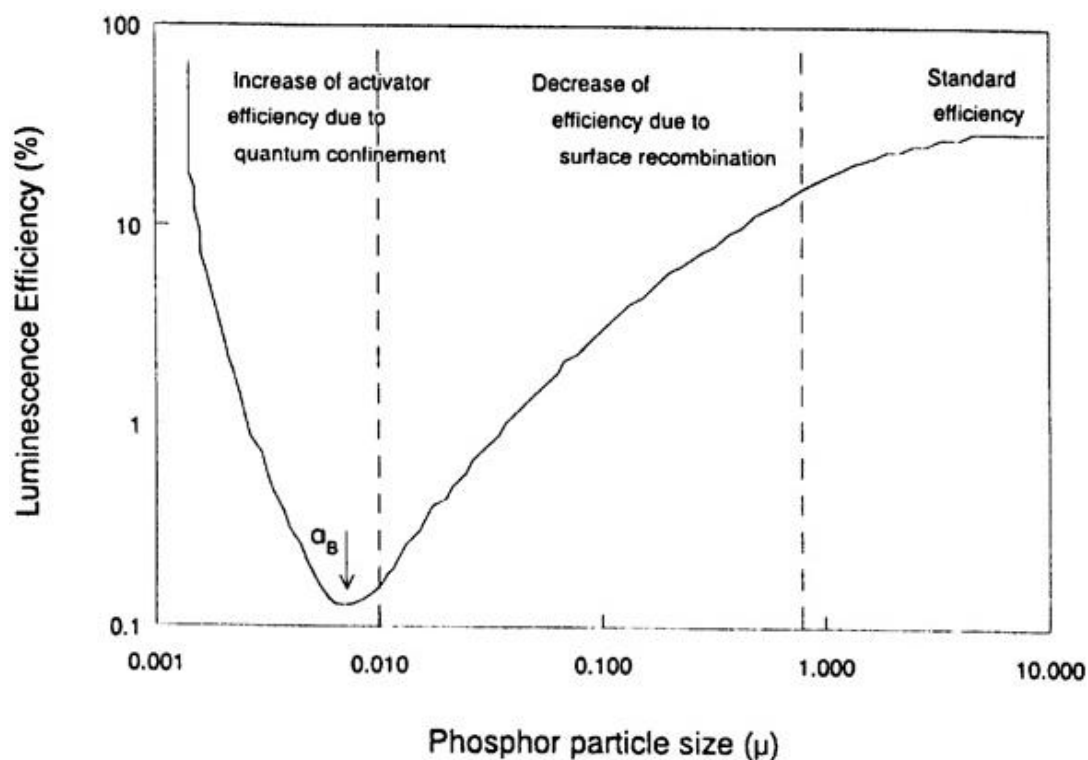


Рис. 19. Зависимость интенсивности излучения от размера наночастиц композитного нанофосфора, включающего оксид гадолиния

В патенте США № 6783699 описаны флуоресцентные наночастицы, состоящие из алюминиевой оксидной структуры, активированной иттрием. На рис. 22 приведена зависимость интенсивности флуоресценции от времени.

В патенте США № 7669984 описан люминесцентный наноматериал с размерами частиц 1–10 нм, включающий диоксид кремния. В 2009 году получен патент РФ 2364614 (УГТУ-УПИ) на люминесцентный наноструктурный материал, содержащий диоксид кремния и виллемит допированный ионами марганца. Спектр излучения такого материала приведен на рис. 23. В патенте США № 6010779 описан люминесцентный материал, включающий диоксид кремния с размерами частиц 50 нм. Оксид кремния используется также, например, в качестве покрытия кремниевых ядер лю-

минесцирующих наночастиц (патент США № 7592618). На рис. 24 приведена конструкция устройства с такими ядрами.

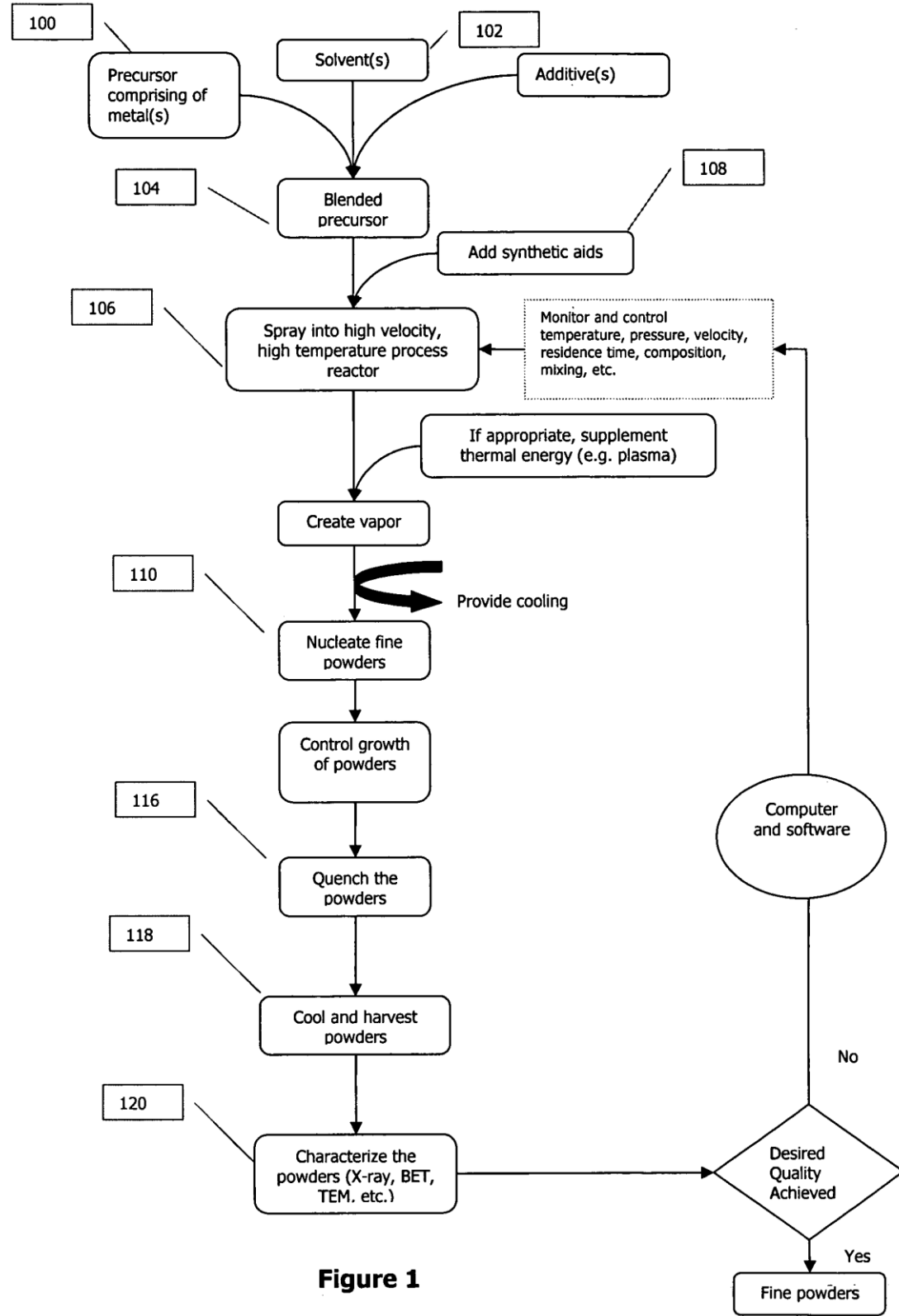


Figure 1

Рис. 20. Блок-схема способа изготовления нанопорошков на основе оксидов редкоземельных элементов

отн. ед.

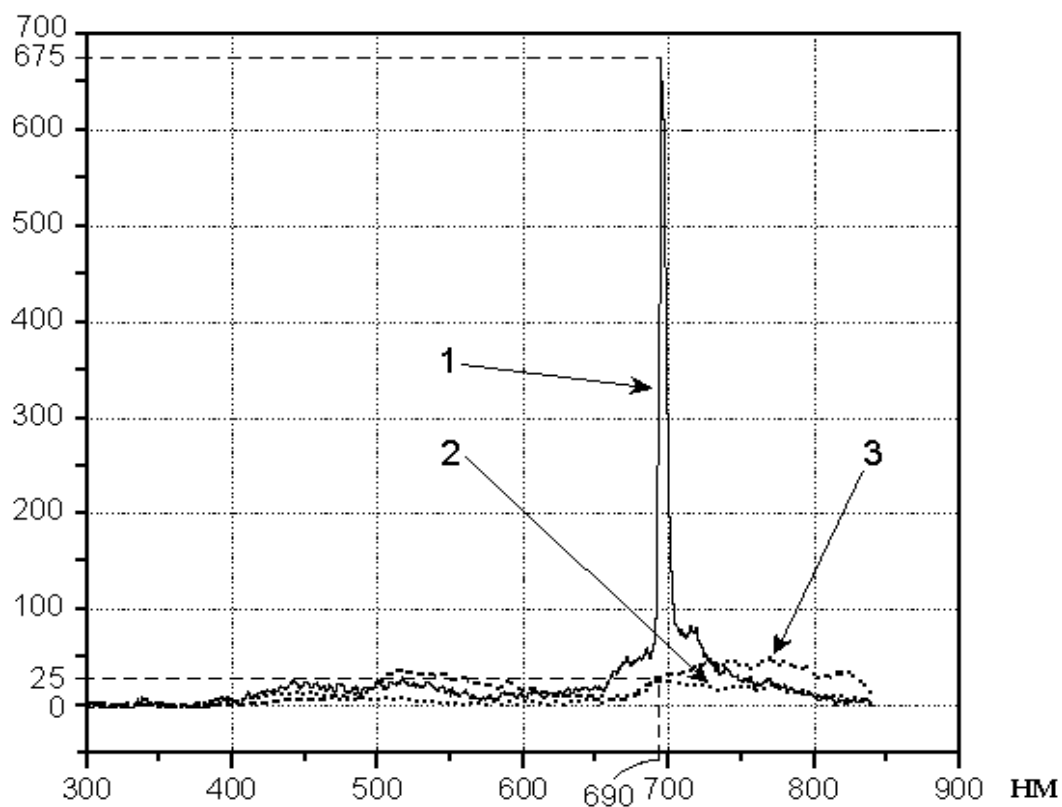


Рис. 21. Спектр излучения композиционного керамического материала на основе оксида алюминия в альфа-фазе

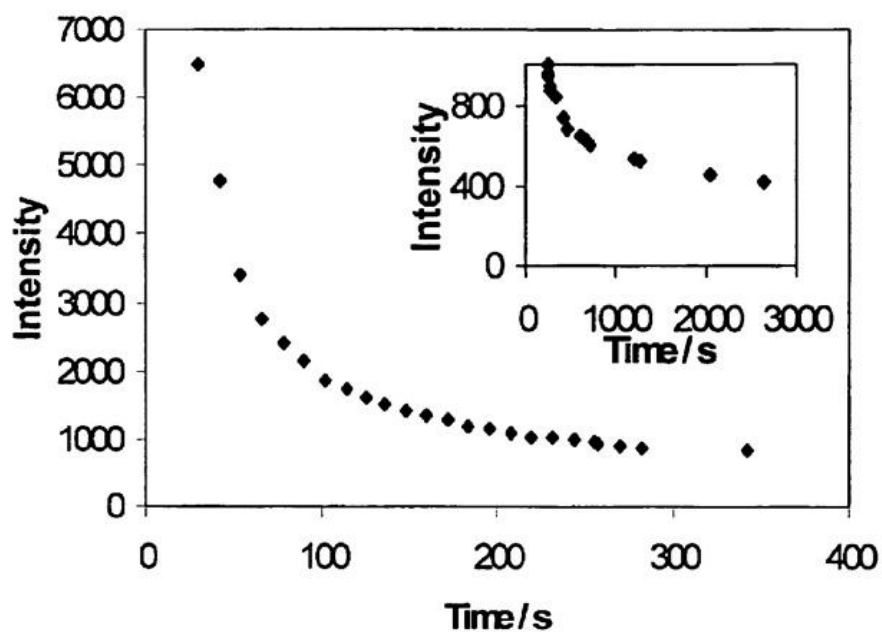


Рис. 22. Зависимость интенсивности флуоресценции наночастиц на основе оксида алюминия от времени

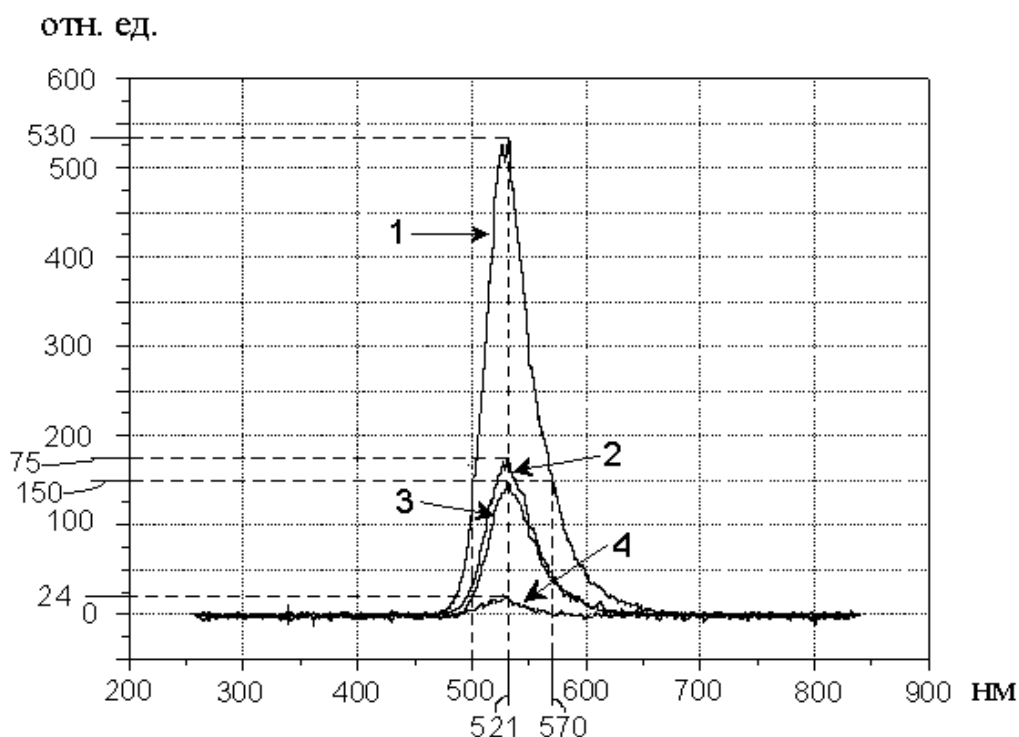


Рис. 23. Спектр излучения наноструктурного материала на основе диоксида кремния

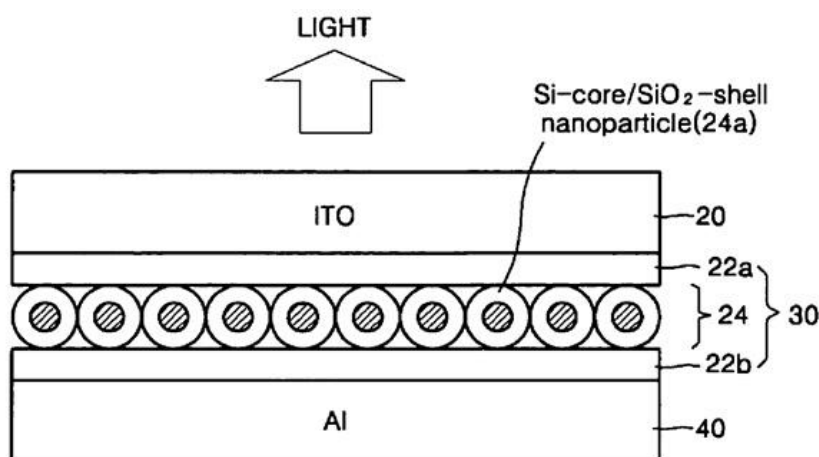


Рис. 24. Конструкция устройства с люминесцентными кремниевыми наночастицами

## Нитридные материалы

Известно рабочее вещество для термоэкзоэлектронной дозиметрии гамма- и электронного излучения (Патент РФ 2282212. Рабочее вещество для термоэкзоэлектронной дозиметрии гамма- и электронного излучения / Слесарев А. И., Шульгин Б. В., Афонин Ю. Д., Сергеев А. В., Анипко А. В., Бекетов Д. А., Черепанов А. Н. Заявл. 04.05.2005; опубл. 20.08.2006. Бюл. № 23.). А так-



же имеется патент на способ получения низкоразмерных материалов на базе нитрида алюминия (Пат. 2312061 РФ. Способ получения нитевидного нитрида алюминия / Афонин Ю. Д., Бекетов А. Р., Анипко А. В., Малков В. Б., Черепанов А. Н., Шульгин Б. В. Заявл. 25.04.2006; опубл. 10.12.2007. Бюл. № 34.). Обе разработки принадлежат УГТУ-УПИ.

В патенте США № 5130549 отмечено, что предложенный кубический нитрид бора с соответствующими примесями показал превосходные термолюминесцентные свойства с высокой чувствительностью к гамма-излучению и низкой световой чувствительностью.

### **Другие материалы**

Известно использование алмаза в качестве рабочего вещества для изготовления термолюминесцентного детектора ионизирующего излучения. В частности, в патенте РФ № 2408900 предложено такое рабочее вещество, включающее нанодисперсный порошок алмаза (НДА) с размером частиц около 5 нм, порошок материала на основе  $\text{SiO}_2$ , размельченный до крупности менее 0,08 мм, и силикатный клей в качестве связующего двух материалов. Синтез композитного рабочего вещества проводят путем смешивания  $\text{SiO}_2$  и НДА в пропорциях, мас. %: ультрадисперсный порошок алмаза с размером частиц около 5 нм – 25–65,  $\text{SiO}_2$  – 25–65. В заявке на изобретение РФ № 2001108327 предлагается способ регистрации ионизирующего излучения с использованием алмаза в качестве термолюминесцентного регистрирующего материала, включающий облучение алмаза и регистрацию ионизирующего излучения при нагреве, отличающийся тем, что алмаз используют в ультрадисперсной форме. Способ отличается также тем, что используют ультрадисперсный алмаз (УДА) с размером частиц 30–40 Å, полученный детонационным способом с выделением основной алмазной фракции из углеродной шихты. Кроме того, способ отличается тем, что перед облучением выполняют предварительный отжиг УДА.

Известны также (заявка РФ № 94046407) способ и устройство для обнаружения алмазов в образце горной породы. Способ основан на измельчении образца породы, размещении слоя частиц породы на подложке, облучении частиц рентгеновскими лучами, ре-

гистрации рентгеновского излучения, пропущенного слоем частиц, и обнаружении алмазных частиц за счет их более высокой прозрачности для рентгеновских лучей по сравнению с остальными частицами.

### **Конструкции дозиметрических устройств**

Патентный поиск по конструкциям дозиметрических устройств для оценки поглощенной дозы методами термически и оптически стимулированной люминесценции в твердотельных детекторных материалах проведен в автоматизированных системах поиска ФГУ ФИПС Роспатента, Российского сервера международной патентной информации esp@cenet, патентного ведомства США и Google с использованием терминологии области поиска и групп Международной патентной классификации МПК(8): G01T1/10 и G01T1/11 («Люминесцентные и термолюминесцентные дозиметры»). Просмотрено 395 патентных документов, выявлено для анализа 40 документов, отобрано 15 непатентных документов.

### **Дозиметры с оптической стимуляцией**

При возбуждении облученного детектора световым (оптическим) излучением детекторы люминесцируют в области видимого спектра, не наблюдаемой до облучения. Поток оптически стимулированной люминесценции (ОСЛ, рис. 25) пропорционален искомой поглощенной дозе. Оптически стимулируемая люминесценция обеспечивает ускоренное получение результата измерения дозы.

В патентах США № 7098470 и 6414324 предложены способ измерения дозы и материал-детектор. В патенте США № 7098470 приведена блок-схема экспериментальной установки для измерения радиационной дозы с использованием оксида алюминия  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C, Mg}$  (рис. 26).

Луч 146 лазера 142 (650 нм) проходит через фильтр 150 в камеру 112, где на типовом держателе размещен детектор 114. Дейтериевая лампа 102 обеспечивает необходимое облучение детектора 114. Имеются электромеханический блоки 116 и 152 для управления временем облучения детектора. Излучение 118 детектора 114 через фильтр 120 попадает на обнаружитель 122. Сигнал 124 от обнаружителя 122 через усилитель поступает на ПК 130.

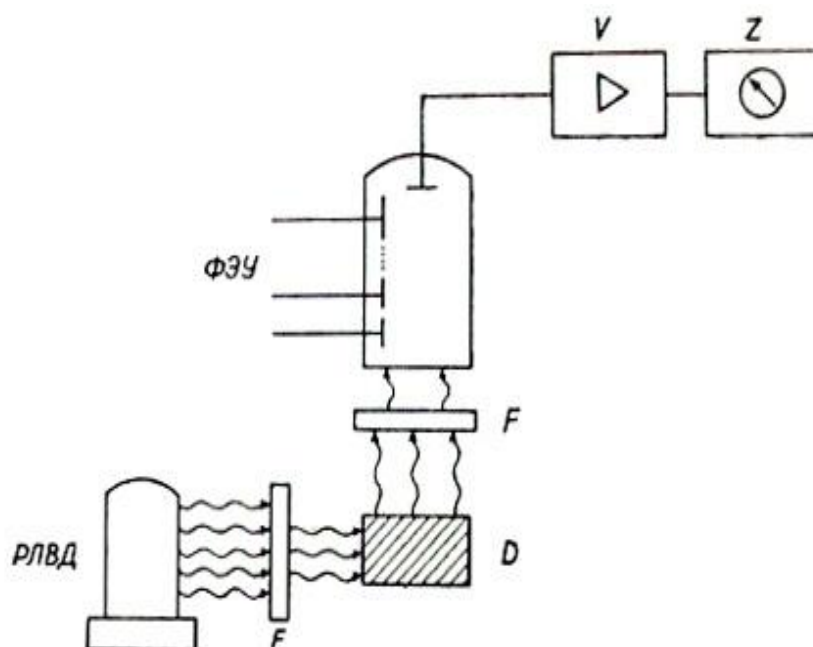


Рис. 25. Схема установки для ОСЛ-дозиметрии (ФЭУ – фотоумножитель; V – усилитель; S – самописец, Z – отсчетное устройство, РЛВД – ртутная лампа высокого давления, F – оптический фильтр, D – детектор)

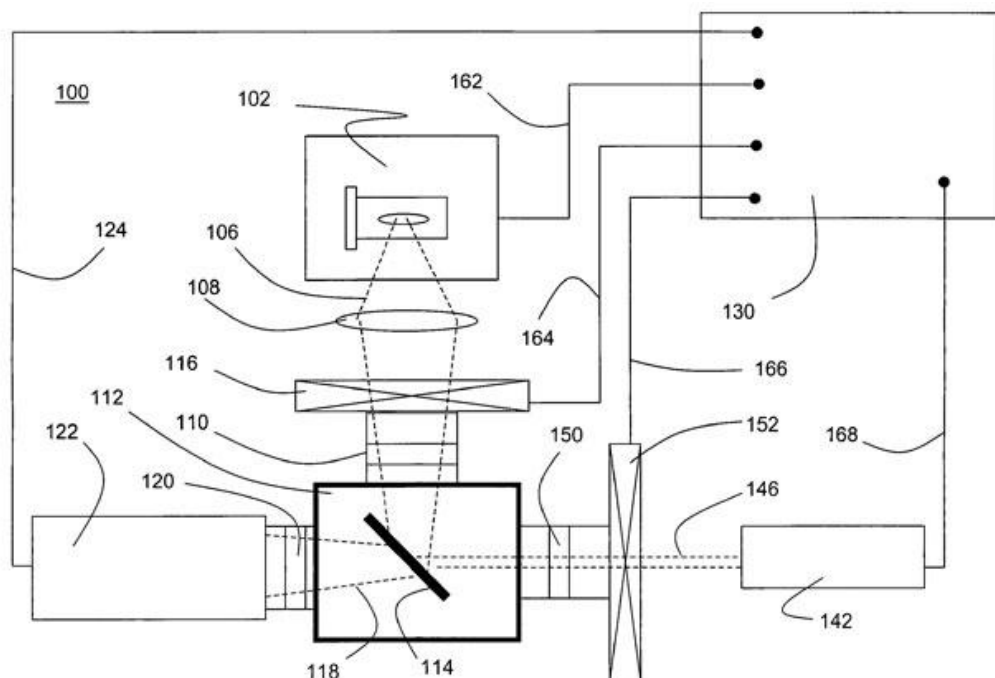


Рис. 26. Блок-схема экспериментальной установки для измерения радиационной дозы с использованием алюминиевой окиси  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$

Рассматриваемая установка обеспечивает измерение дозы рентгеновского,  $\gamma$ - и  $\beta$ -излучения. Используемый люминесцентный материал включает множество совокупных кислородных дефектов (вакансии), причем дозиметрическая информация нечувствительна

к воздействию температуры, по крайней мере, до 600 °С. На рис. 27 изображены спектры поглощения дозиметрических материалов  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}, \text{Mg}$ , приведенных в патенте США № 7098470.

Известен способ исследования люминесцентных свойств люминофоров, включающий облучение исследуемого материала бета-излучением (низкоэнергетическими электронами) смеси радиоактивных изотопов стронция и иттрия  $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$  с последующим стимулированием люминесценции в материале лазерным излучением и её регистрацией [2].

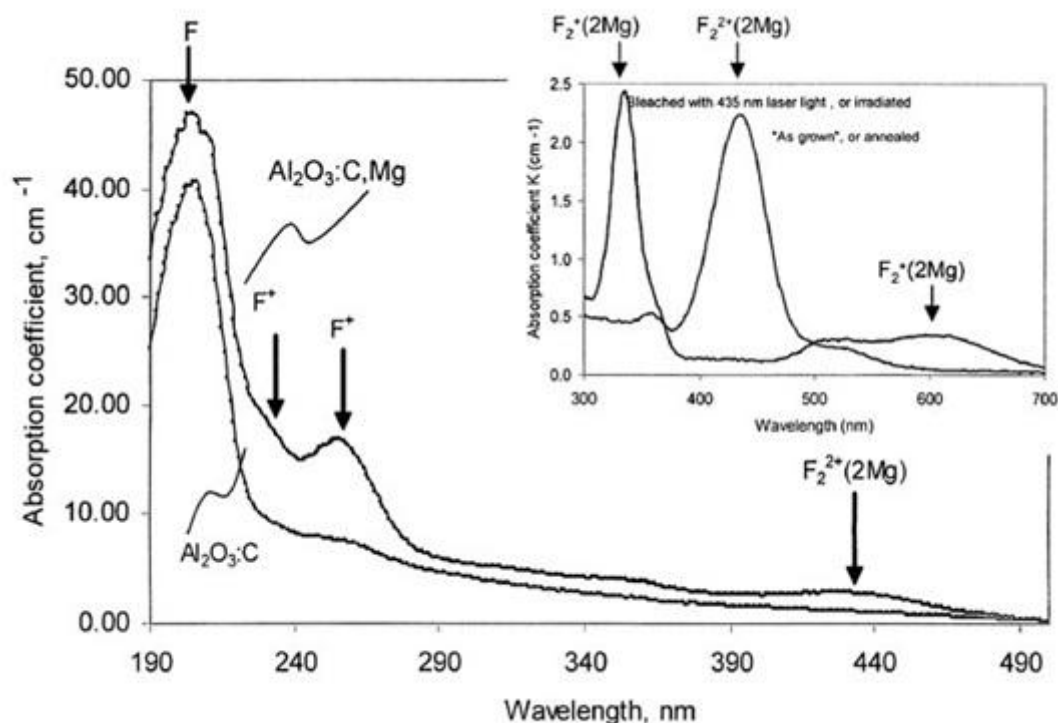


Рис. 27. Спектры поглощения  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}, \text{Mg}$

Патентом США № 7141802 защищены оптическое устройство и метод отображения стимулированного излучения, обеспечивающие возможность выбора исследуемых областей детектора (рис. 28). Устройство включает источник излучения 10 со светофильтром 11 для стимуляции детектора. Тракт возбуждения и регистрации излучения содержит дихроический фильтр 12 и линзовый объектив 13. Система имеет источник дополнительного облучения 20 с оптическим фильтром 21, кольцевой апертурой 22 и конденсорной линзой 23. Система регистрации излучения содержит фотоприемник 18 в виде CCD-матрицы, оптический фильтр 15, фокусирующую линзу 16, фокусирующую изображение на плоскость

1



5 

В патентах США № 7420187 и 7781747 описано портативное индивидуальное дозиметрическое устройство в форме кредитной карты, предназначенное для метода ОСЛ-детектирования дозы облучения. Как показано на рис. 29 (патент № 7420187), материал детектора 1 находится между двумя слоями фильтров 2 и 3. Конструкция является удобной, дешевой и обеспечивает измерения в широком диапазоне доз.

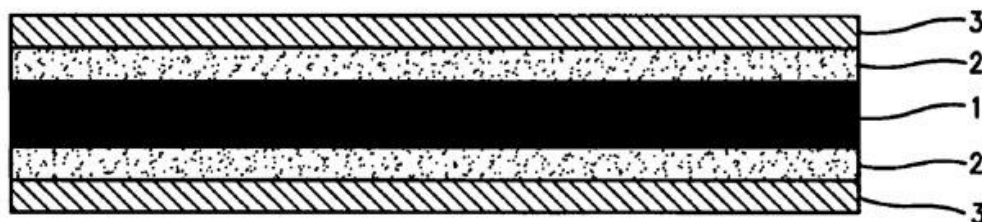


Рис. 29. Конструкция детектора портативного индивидуального дозиметрического устройства в форме кредитной карты: 1 – основной чувствительный материал детектора; 2 и 3 – оптические фильтры

### **Дозиметры с термической стимуляцией**

Термолюминесцентная дозиметрия (ТЛД), основанная на том, что кристаллофосфоры (детекторы) при нагревании испускают свет, имеет широкое распространение среди методов твердотельной дозиметрии [1]. Испускаемое при этом излучение пропорциональной поглощенной дозе, которую требуется измерить. В качестве детекторов применяются различные фторидные и оксидные материалы –  $\text{LiF-Mg,Ti}$ ;  $\text{CaF}_2\text{-Mn}$ ;  $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{-Mn}$ ;  $\text{CaSO}_4\text{-Dy}$ ;  $\text{BeO-Na}$  и др. В отечественной и зарубежной практике получили распространение твердотельные термолюминесцентные детекторы на основе анионодефектных монокристаллов оксида алюминия, имеющие обозначение ТЛД-500 (ТУ 2655-006-02069208-95, патент РФ № 2229145).

На рис. 30 показана одна из первых схем измерительной установки для ТЛД [1]. Блок-схема более современной экспериментальной установки для ТЛД-дозиметрии [2], выполненной с терморегулятором и ЭВМ, приведена на рис. 31. Классическая схема ТЛД-дозиметра описана в [3] (рис. 32). Способ исследования люминесцентных свойств материалов с пространственным микроили наномасштабным разрешением, реализуемый по классической

схеме, описан в [4]. Данный способ включает облучение исследуемой области материала (образца материала) сканирующим непрерывным электронным пучком продолжительностью до 5 мин для заполнения центров захвата носителями заряда и формирования люминесцентных комплексов; выдерживание материала в течение времени до 5 мин. Последующий линейный нагрев всего образца материала со скоростью 0,15 K/c до требуемой температуры сопровождается регистрацией термостимулированной люминесценции.

В патенте США № 7425705 описан ТЛД-дозиметр (рис. 33), в котором для нагрева детектора используется лазер 40 и поддерживается постоянная мощность нагрева за счет петли обратной связи с датчиком 46 и процессором 48.

В патентах РФ № 2378665 и 2378666 предложены способ и устройство для определения поглощенной дозы  $\beta$ -излучения в термолюминесцентном детекторе на основе анионодефектного монокристалла оксида алюминия. Регистрация термолюминесцентного сигнала с длинами волн в диапазоне от 500 до 570 нм обеспечивает повышение точности оценки поглощенной дозы  $\beta$ -излучения и расширение области использования устройства.

В патенте США № 5049754 описаны конструкция устройства для размещения детектора на теле пациента и схема измерительной системы, предназначенные для ТЛД.

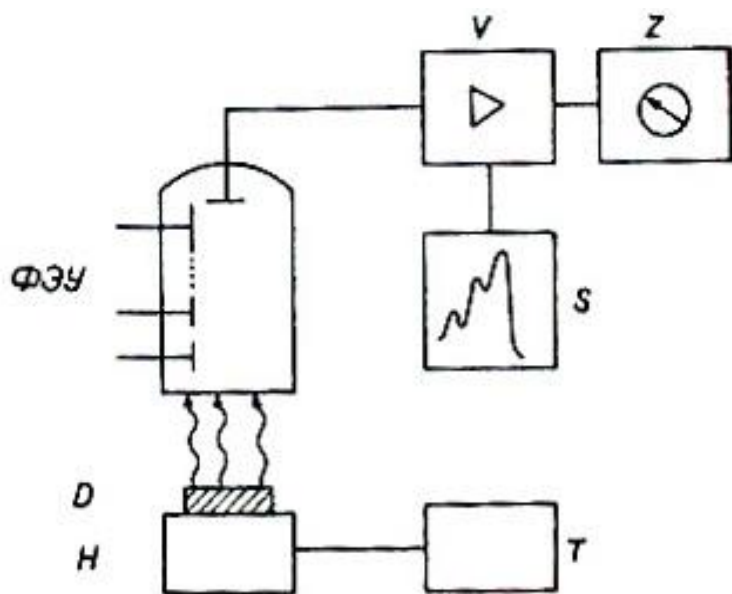


Рис. 30. Схема измерительной установки ТЛД: ФЭУ – фотоумножитель;  
 V – усилитель и преобразователь сигнала; S – самописец;  
 Z – счетно-печатающее устройство; T – контроль температуры;  
 H – нагреватель; D – дозиметрический датчик (детектор)

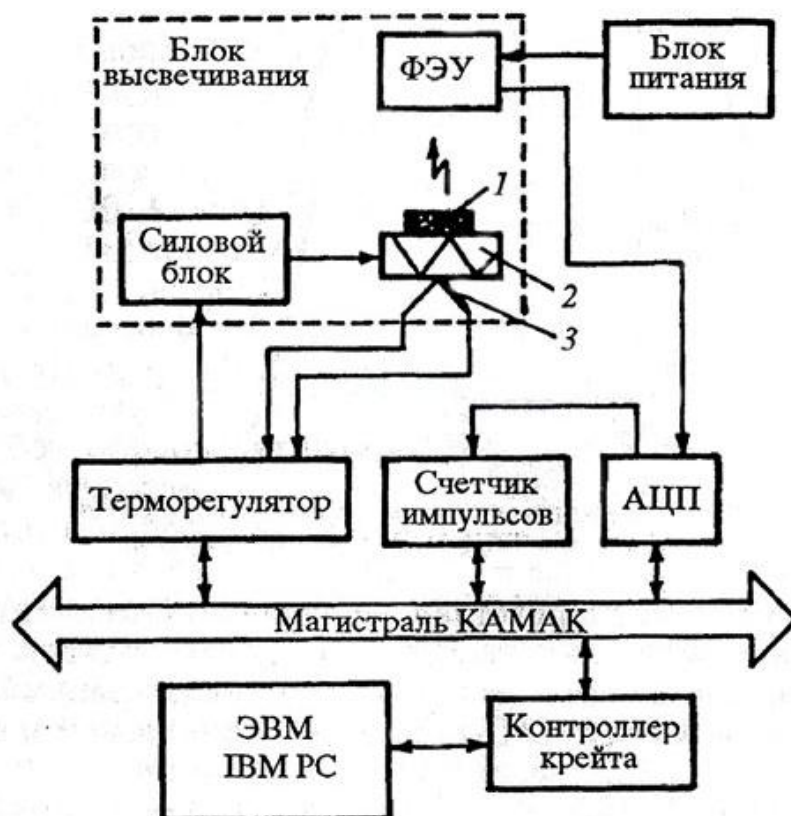


Рис. 31. Блок-схема экспериментальной установки для ТЛД:  
1 – детектор; 2 – нагревательный элемент; 3 – термопара

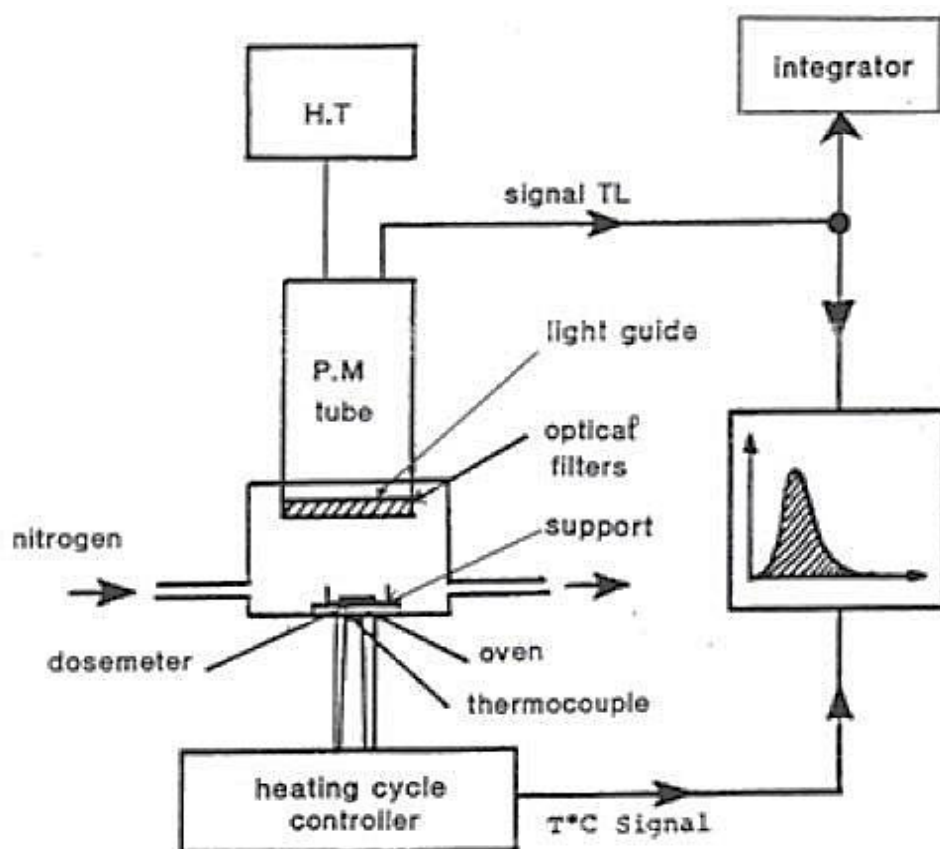


Рис. 32. Классическая схема ТЛД-дозиметра



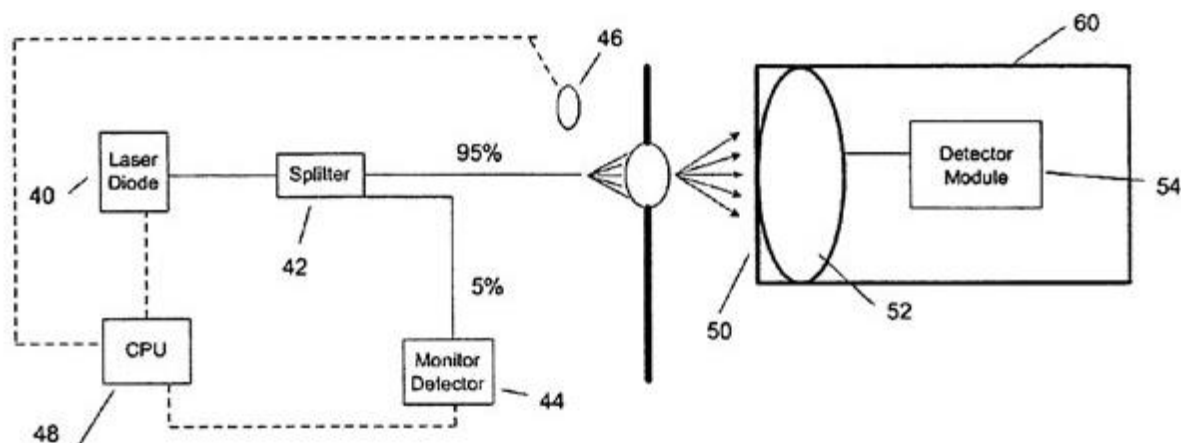


Рис. 33. Схема ТЛД-дозиметра

### Дозиметры с комбинированной стимуляцией

В Уральском федеральном университете используется модернизированный измерительный комплекс [5], обеспечивающий изучение термо- и фотолюминесценции кристаллов с использованием обоих методов – ТЛД и ОСЛ (рис. 34).

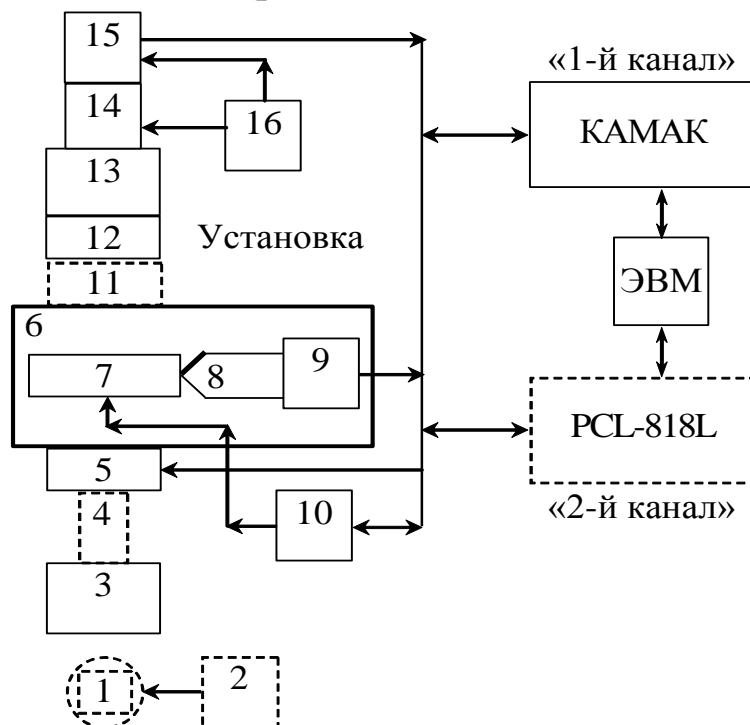


Рис. 34. Блок-схема измерительного комплекса: 1 – источник света; 2 – блок питания; 3 – входной монохроматор; 4, 11 – оптическая фокусирующая система; 5 – электромеханический затвор; 6 – измерительная камера; 7 – нагревательный стол; 8 – термопара; 9 – усилитель сигнала термопары; 10 – блок регулирования мощности; 12 – интерференционный фильтр или оптическое стекло; 13 – выходной монохроматор; 14 – фотоэлектронный умножитель; 15 – быстродействующий усилитель; 16 – блок питания

В патенте США № 5049754 предложена конструкция устройства для размещения детектора, пригодная как для ТЛД-, так и ОСЛ-методов.

Известны установки для фотолюминесцентного картографирования фотолюминесцентных материалов, обеспечивающие измерение люминесценции в точках исследуемого материала. Например, в патенте РФ № 2172946 описан такой прибор (рис. 35), включающий предметный столик 2 с системой сканирования 3, на котором размещается люминесцирующий полупроводниковый материал 1 в виде пластины, лазерный источник 7 для фотовозбуждения материала, формирующий лазерный луч 8, датчик фотолюминесценции 9, фотоприемник 12 и систему регистрации 13. Прибор обеспечивает быстрое картографирование фотолюминесцентных характеристик материалов в широком диапазоне размеров исследуемых объектов.

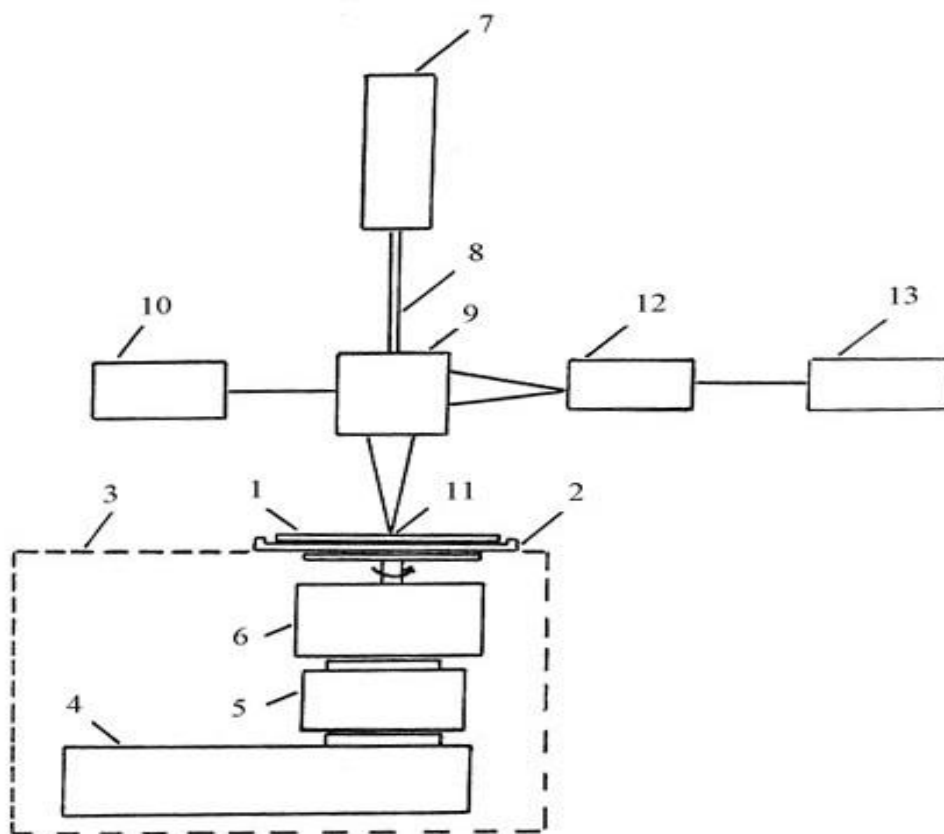


Рис. 35. Блок-схема установки для фотолюминесцентного картографирования фотолюминесцентных материалов

Прибор работает следующим образом. Исследуемый объект - полупроводниковая пластина 1 размещается на предметном столи-

ке 2, который в свою очередь крепится на системе сканирования 3, состоящей из двух столов линейного перемещения 4 и 5 и поворотного стола 6. При этом 2-й стол линейного перемещения 5 установлен перпендикулярно 1-му столу 4 на его подвижной каретке, а поворотный стол 6 установлен на подвижной каретке 2-го стола линейного перемещения 5. Предметный столик 2 крепится на платформе вращения поворотного стола 6. Система сканирования 3 позволяет осуществлять независимое перемещение предметного столика 2 в двух взаимно перпендикулярных направлениях и его вращение по командам соответствующего блока управления.

Для возбуждения фотолюминесценции служит лазерный источник 7, формирующий лазерный луч 8 с практически плоским волновым фронтом. Направление лазерного луча определяет оптическую ось. Луч 8 фокусируется датчиком фотолюминесценции 9 на верхней поверхности полупроводниковой пластины 1. Юстировочный элемент 10 позволяет перемещение датчика фотолюминесценции в вертикальном направлении в небольших пределах для обеспечения минимального диаметра светового пятна 11 на поверхности полупроводниковой пластины 1. Датчик фотолюминесценции 9 собирает свет, возбуждаемый в полупроводниковой пластине 1, и направляет его на фотоприемник 12. Фотоприемник 12 преобразует световой поток в электрический сигнал, поступающий далее в систему регистрации 13, которая может включать, например, компьютер.

В патенте РФ №2119177 описаны комплекс оборудования и способ измерения дозы ионизирующей радиации. В способе сначала подвергают термолюминесцентный материал воздействию указанной ионизирующей радиации, затем охлаждают этот термолюминесцентный материал до температуры ниже 200 К с последующей регистрацией света, высвобожденного термолюминесцентным материалом при его нагревании. При этом дозу радиации, облучающую термолюминесцентный материал, определяют общим количеством света, высвобожденного этим материалом. Указанный в патенте способ измерения отличается тем, что после охлаждения термолюминесцентный материал подвергают воздействию света, а нагрев осуществляют до комнатной температуры. На рис. 36 представлен комплекс оборудования для осуществления способа.

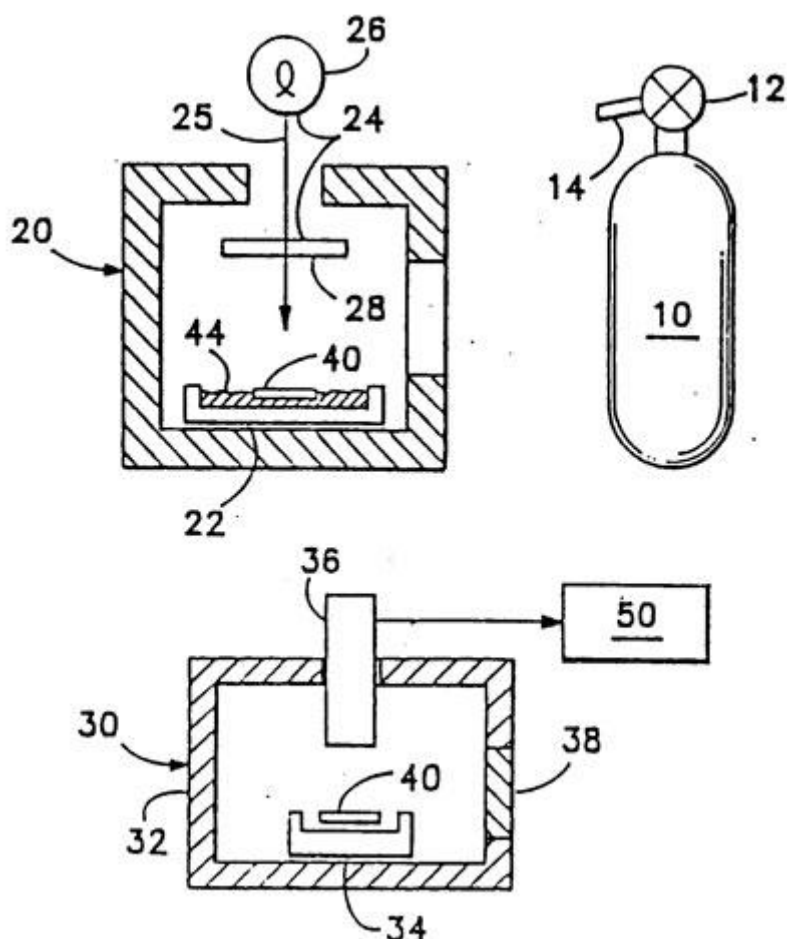


Рис. 36. Комплекс оборудования для измерения дозы ионизирующей радиации

Изображенный на рис. 36 баллон 10 действует как источник жидкого азота (77 К). Жидкий азот доставляется до образца через вентиль 12 и выпускную трубку 14 для его охлаждения до криогенных температур. Камера 20, предназначенная для облучения и нагревания образца термолюминесцентного материала, снабжена резервуаром 22, содержащим образец термолюминесцентного материала, источником ультрафиолетового излучения 24 (например, ртутной лампой низкого давления 26), а также узкополосным фильтром 28, установленным для выделения ультрафиолетового излучения с длиной волны 254 нм. Камера 30 для считывания информации с образца термолюминесцентного материала включает лоток 34, содержащий образец термолюминесцентного материала, фотоэлектронный умножитель 36. Образец 40 термолюминесцентного материала, например 30 мг  $\text{CaF}_2:\text{Mn}$ , подвергают ионизирующей радиации, помещают в жидкий азот 44, находящийся в резер-

вуаре 22, и выдерживают до достижения криогенных температур. После этого образец 40 подвергают оптической стимуляции ультрафиолетовым излучением (254 нм) от источника 24 (эквивалентное количество энергии порядка нескольких миллиджоулей). Образец 40 вынимают из камеры для облучения, быстро перемещают в камеру 30 для считывания. Образец 40 располагают в центре лотка 34 и нагревают до температуры окружающей среды (т. е. до комнатной температуры приблизительно в 293 К) за 30–40 с с момента помещения в камеру 30. По мере повышения температуры образца 40, в особенности в момент, когда он проходит уровень температуры 200 К, термолюминесцентный материал излучает видимый свет с длинами волн в диапазоне  $(494 \pm 50)$  нм. Достаточное количество излученного света может быть зарегистрировано фотоэлектронным умножителем 36, связанным с записывающим устройством регистрации и демонстрации результатов, которое показывает полное количество света, высвобожденного образцом 40. Высвеченная светосумма связана с дозой радиации, которой был подвергнут термолюминесцентный материал.

Известно также индивидуальное устройство контроля дозы ультрафиолетового излучения (патент РФ № 2245523, блок-схема изображена на рис. 37), содержащее источник питания 7, фотоэлемент 1 с установленным перед ним фильтром 2, генератор частоты 3, блок управления 4 с таймером, счетчик 5 и индикатор 6. Блок управления, индикатор и источник питания могут являться соответствующими блоками мобильного телефона или электронных часов.

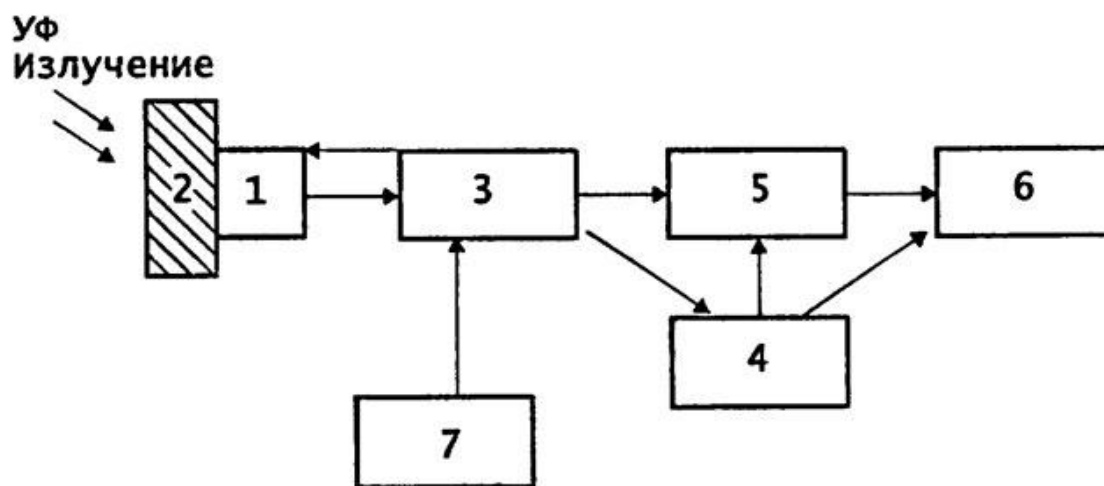


Рис. 37. Блок-схема устройства контроля дозы ультрафиолетового излучения

В патенте США № 6316782 представлена установка для импульсного ОСЛ-способа визуализации распределения дозы полей ионизирующих излучений (рис. 38). Установка содержит генератор импульсов 100, управляющий импульсным излучением лазера 90, направленного через фокусирующую и отклоняющую систему (элементы 80, 70, 110) и светофильтр 120 на детектор 20. Люминесцентное излучение детектора 20, отражаясь от вогнутого зеркала 140, попадает через фильтр 160 и усилитель 170 на CCD-датчик 180.

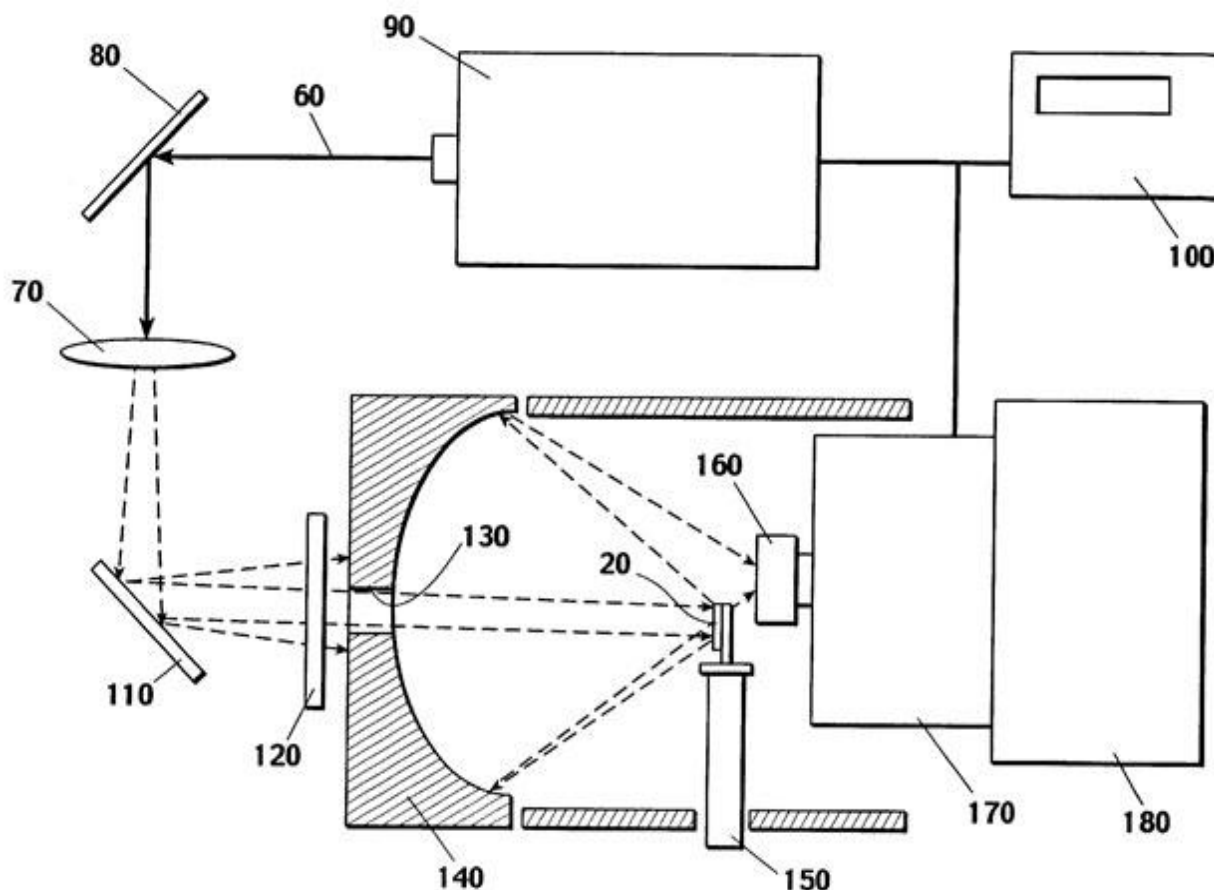


Рис. 38. Блок-схема установки для импульсного ОСЛ-способа визуализации распределения дозы полей ионизирующих излучений

Патентом США № 7372032 защищена конструкция детектора со штриховым кодом, несущим информацию о детекторе и его владельце, способе изготовления детектора и описании метода измерения поглощенных доз в серии детекторов. Изобретение по патенту США № 6627891 представляет собой детектор, фиксирующий дозы, получаемые в разные моменты времени.

## Устройства регистрации излучений

Патентный поиск по конструкциям дозиметрических устройств для оценки поглощенной дозы методами термически и оптически стимулированной люминесценции в твердотельных детекторных материалах проведен с использованием автоматизированных систем поиска ФГУ ФИПС Роспатента, Российского сервера международной патентной информации esp@cenet, патентного ведомства США и Google с использованием терминологии области поиска и групп Международной патентной классификации МПК(8): G01T1/10–11 («Люминесцентные и термолюминесцентные дозиметры»), G01N21/62–63 и G01N21/71 («Исследование материалов с использованием инфракрасных, видимых или ультрафиолетовых лучей»), G01N 23/00–02 («Исследование или анализ материалов радиационными методами, например с помощью рентгеновского, нейтронного излучения»).

При поиске выявлено 74 патентных документа и 39 непатентных документов.

Стимулированная люминесценция находит применение в различных областях радиационной дозиметрии, включая персональный контроль, экологический мониторинг, ретроспективная дозиметрия, космическая дозиметрия. В дополнение к ранее проведенному поиску [1] отмечено продолжение разработок и исследований в области дозиметрии с использованием твердотельных детекторных материалов методами термически и оптически стимулированной люминесценции.

В монографии [2] «Optically Stimulated Luminescence Dosimetry» обобщены основные достижения в области оптически стимулированной (ОСЛ) дозиметрии. Рассмотрены различные режимы стимуляции (непрерывный, импульсный, линейный) и свойства синтетических материалов ОСЛ, включая легированную окись алюминия  $Al_2O_3$ , и другие менее хорошо изученные материалы. Описано использование ОСЛ в персональной, экологической, медицинской дозиметрии, в геологии и ретроспективной дозиметрии, а также применяемое оборудование. Один из авторов монографии, S.W.S. McKeever, обсуждает вопросы ОСЛ-дозиметрии с точки зрения используемых материалов и их применения [3, 4, 19].

В мире известны дозиметры различных конструкций. Например, в патенте США № 6198108 предложена складная конструкция

дозиметрического устройства, представляющая собой, в частности, расположенных на бумажной ленте три дозиметрических элемента (32, 34 и 36), на которых располагаются накопители дозы и/или фильтрующие радиацию участки (рис. 39).

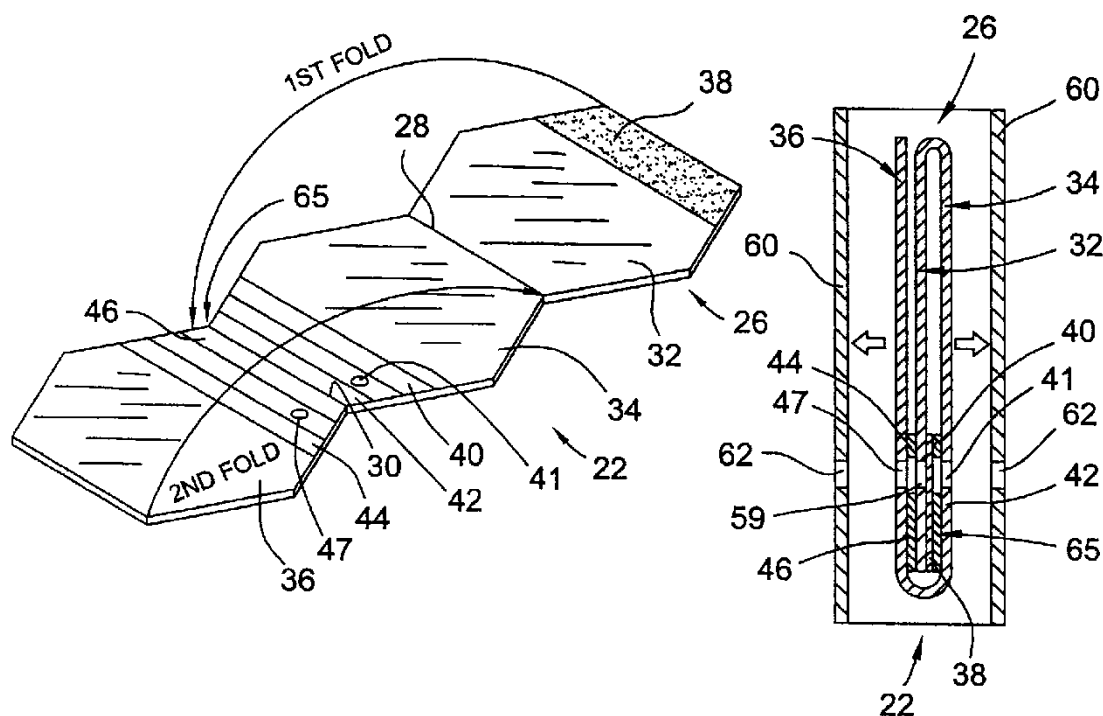


Рис. 39. Конструкция дозиметрического устройства

В сложенном виде (линии сгиба 28 и 30) один из дозиметрических элементов расположен между двумя другими дозиметрическими элементами (22). Обеспечивается серийное изготовление тонкого и легкого дозиметрического устройства. Расшифровка остальных обозначений, приведенных на рис. 39, подробно приведены в патенте США № 6198108.

Известны бельгийские персональные дозиметры (рис. 40) [5]. Люминофор запаян в стеклянный баллон вместе с нагревательной спиралью, электроды которой выведены наружу. Баллон помещается в металлический или пластмассовый футляр, имеющий приспособление для карманного ношения. Для измерения дозы стеклянный баллон своими электродами вставляется в измерительное устройство, в котором происходят нагрев люминофора путем пропускания электрического тока через нагревательную спираль и измерение интенсивности свечения термолюминесценции. Вся процедура измерения занимает несколько минут. После необходимого прогрева дозиметр снова готов к работе.





Рис. 40. Бельгийские персональные дозиметры

Известен российский дозиметр индивидуальный ДКС-АТ3509В (рис. 41) [6]. Дозиметр представляет собой современный микропроцессорный широкодиапазонный точный прибор для контроля индивидуальной эквивалентной дозы  $H_p(10)$ ,  $H_p(0,07)$  и мощности дозы непрерывного рентгеновского и  $\gamma$ -излучения. Совместно с устройством считывания, подключаемым к ПЭВМ, обеспечивает создание эффективно действующей системы автоматизированного контроля дозовых нагрузок на персонал.



Рис. 41. Российский дозиметр индивидуальный ДКС-АТ3509В

Разработки в рамках описываемой темы поиска ведутся и в УрФУ имени первого Президента России Б. Н. Ельцина (Россия, Екатеринбург). В частности, предложено устройство для определения поглощенной дозы  $\beta$ -излучения в термолюминесцентном детекторе на основе анионодефектного монокристалла оксида алюминия (патент РФ № 2378666). Устройство включает в себя детектор (рис. 42) на основе анионодефектного монокристалла оксида алюминия  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ , блок нагрева 2 указанного детектора 1, блок регистрации термолюминесцентного свечения 3 и блок оценки поглощенной дозы 6. Блок 3 соединен выходом 4 с входом 5 блока 6. Между блоком 3 регистрации и детектором 1 на пути распространения регистрируемого термолюминесцентного свечения 7 расположен фильтр 8 выделения длин волн. Фильтр 8 обеспечивает выделение длин волн только в пределах диапазона от 500 до 570 нм (свечение 9). Обеспечивается увеличение верхней границы линейного диапазона дозовой зависимости и повышение точности оценки поглощенной дозы излучения.

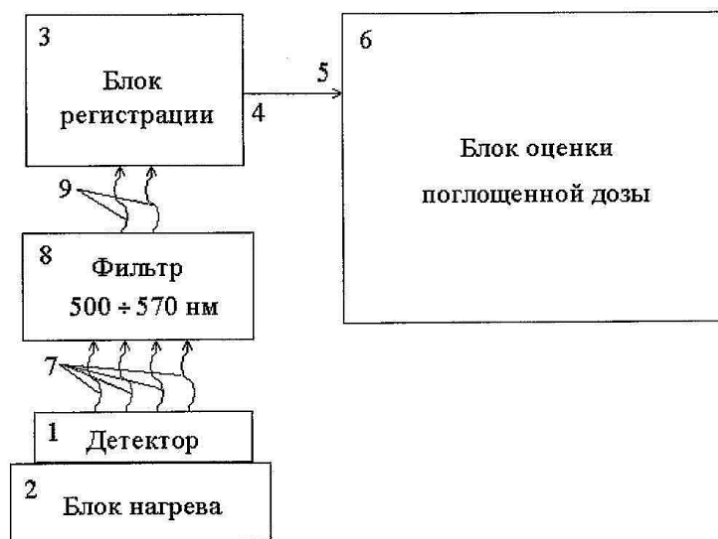


Рис. 42. Блок-схема устройства для определения поглощенной дозы  $\beta$ -излучения в термолюминесцентном детекторе

В патенте РФ на полезную модель № 111688 предложен термолюминесцентный дозиметр (рис. 43) для контроля поглощенной дозы в смешанных полях нейтронного излучения,  $\beta$ - и  $\gamma$ -излучений, включающий три плоских детектора (1, 2, 3), выполненных из термолюминесцентного материала, в частности из допированного углеродом  $\alpha$ -оксида алюминия  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  (анион-

дефектного корунда ТЛД-500К, ТУ 2655-006-02069208-95) в виде таблеток, закрепленных в сквозных отверстиях алюминиевой карты 4. Термолюминесцентный дозиметр имеет крышку 7, на внутренней поверхности которой закреплены фильтры 8, 9, 10 и 11, расположенные так, что в собранном дозиметре они находятся над детекторами 1, 2 и 3. Выравнивающие фильтры 8, 9 и 10 выполнены из меди. Фильтр 8 расположен над первым детектором 1, фильтр 9 – над вторым детектором 2, а фильтр 10 – над третьим детектором 3. Фильтр 11 выполнен из кадмия и расположен над фильтром 10 и первым детектором 1. Кроме того, в основании 5 закреплен еще один фильтр 12 из кадмия, расположенный под первым детектором 1. Обеспечивается расширение области использования и функциональных возможностей устройства.

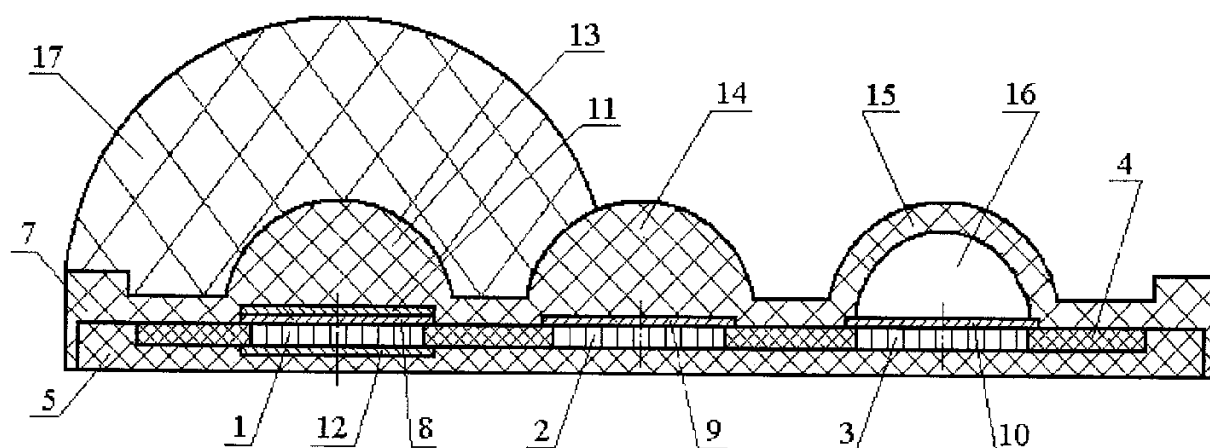


Рис. 43. Термолюминесцентный дозиметр

На кафедре ФМПК УрФУ создан автоматизированный дозиметрический комплекс «Сапфир-001» для контроля радиационных полей (рис. 44).

Комплекс «Сапфир-001» [7] зарегистрирован в государственном реестре средств измерений и допущен к применению на территории Российской Федерации. Комплекс используется для индивидуального дозиметрического контроля персонала атомных электростанций и предприятий, рентгеновских лабораторий, в отделениях лучевой терапии онкологических центров. Преимуществами комплекса «Сапфир-001» являются возможность измерения доз в смешанных радиационных полях; высокая чувствительность, в десятки раз превышающая зарубежные аналоги; унификация измерительных процедур.



Рис. 44. Автоматизированный дозиметрический комплекс «Сапфир-001»

В сообщении [12] рассмотрены принципы и аппаратура для исследования действия космических лучей, нейтронов, электронов и  $\gamma$ -излучения. Актуальность тематики регистрации указанных выше видов излучений показана в докладе [11]. В нем описаны проблемы пилотируемых космических полетов, в которых человеку приходится сталкиваться с космической радиацией. Отмечается высокая актуальность решения задачи упрощения личного контроля в условиях воздействия радиации. В докладе анализируется воздействие на космонавтов трех основных видов излучений: захваченных протонов, продуктов распада звезд и нейтронов. Указывается, что должны быть тщательно оценены необходимые компромиссы относительно точности и законченности измерений.

В материале [13] приводятся результаты исследования различных компонентов поля излучения в пространстве и определения суммарной дозы миссии при полетах астронавтов на корабле «Apollo XI». Использование радиационных датчиков на низкоземной орбите видов  $Al_2O_3:C$  (ОСЛ-регистрация) и  $LiF:Mg,Ti$  и  $CaF_2:Tm$  (ТЛ-регистрация) описано в статье [14].

Патентом США № 6087666 защищена ОСЛ-система дозиметрии для удаленного мониторинга радиационных источников. Стимулированная люминесценция передается от дозиметра к датчику с помощью волоконно-оптического кабеля. Удаленный мониторинг в реальном времени для обнаружения радиации с энергией, близ-

кой к человеческой ткани, с фильтрами для разделения различных видов излучения ( $\gamma$ ,  $\beta$ , нейтроны), обеспечивается устройством по европейской заявке EP1273931 (патент США № 6998632).

В патенте США № 6936830 предложены ОСЛ-система и метод оценки радиационного воздействия при радиотерапевтических процедурах в режиме реального времени или близком к реальному времени, также с использованием удаленного мониторинга. Расчетная оценка мощности дозы излучения может производиться путем сравнения значений, измеренных во время и после освещения дозиметра лазерным светом определенной частоты. Периодическая стимуляция может производиться в процессе непрерывного облучения. Для расчета может использоваться амплитуда переходного сигнала ОСЛ во время периодической стимуляции. В других вариантах используется разница между интенсивностью ОСЛ в конце одного периода стимуляции и в начале следующего или постоянная во времени возвращая переходного сигнала ОСЛ к равновесию при периодической стимуляции или после изменения дозы.

В международной заявке WO2010064594 (заявка США US20110253899) раскрыто дозиметрическое устройство для определения трехмерного распределения дозы радиации. Термолюминесцентное устройство состоит из множества наложенных друг на друга термолюминесцентных пластин на основе тетрабората лития, допированного марганцем. Эффективный атомный номер тетрабората лития составляет около 7,24, а эффективный атомный номер мышечной ткани человеческого тела равен 7,42. Устройство предназначено для проверки, главным образом, действия излучения на организм человека в лучевой терапии.

В патенте Нидерландов NL1001913 описан интегральный детектор для измерения  $\gamma$ -излучения низкого уровня, который включает, по меньшей мере, два термолюминесцентных дозиметра. Один дозиметр защищен от источника излучения для измерения естественного фона, а второй измеряет излучения фона и источника. Так определяется искомый уровень излучения источника.

Исследованиями и разработками в области использования твердотельных детекторных наноматериалов известен автор из США Mark Akselrod. Выявленные 15 патентов и патентных заявок этого автора можно разделить на четыре группы:

– способы измерения поглощенной дозы ТЛ- или ОСЛ-методами;

- способы измерения поглощенной дозы ОСЛ-методом;
- способы измерения поглощенной дозы ОСЛ-методом с определением пространственного распределения дозы;
- материал на основе оксида алюминия для оптического хранения данных, способы и установки для записи, чтения и стирания информации.

Рассмотренные американские патенты и заявки характеризуются достаточно подробной проработкой технических признаков, многовариантным исполнением с широкими числовыми пределами.

В статье [15] Mark Akselrod и соавторы приводят результаты изучения основных свойств оксида алюминия, легированного углеродом и магнием ( $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C, Mg}$ ), в т. ч. термолюминесценции (ТЛ), оптически стимулированной люминесценции (ОСЛ) и радиолюминесценции (РЛ).

Ниже приведены сведения о некоторых патентах рассматриваемого автора.

В патенте США 5892234 предложен двухрежимный метод определения неизвестной поглощенной дозы радиации. Главной проблемой в ОСЛ-дозиметрии является использование лазера высокой интенсивности для стимуляции образца люминесцентного материала по сравнению с очень низкой интенсивностью люминесценции, которая должна быть обнаружена. Задачей этого изобретения является создание метода, обеспечивающего быстрое измерение с высокой чувствительностью в широком динамическом диапазоне радиационных доз. Материал детектора – оксид алюминия. Используется импульсное возбуждающее облучение ультрафиолетового или видимого диапазона (250–800 нм) с длительностью импульса от 1 до 500 мс. Частота повторения импульсов до 20 кГц. Эмиссия люминесценции из дозиметрических ловушек измеряется с задержкой по окончании импульса облучения. Используются образцы материала, имеющие время жизни центров люминесценции 15 мкс и обладающие вызванной радиацией поглощательной способностью. Импульсное облучение действует в течение времени, которое, по крайней мере, в 10 раз меньше указанного времени жизни центров люминесценции, длина волны указанного облучения находится в пределах диапазона длин волн вызванной радиацией поглощательной способности, плотность потока фотонов



этого облучения является недостаточной для нагрева люминесцентного материала выше температуры теплового подавления центров люминесценции или теплового освобождения дозиметрических ловушек (не приводя к термолюминесценции материала).

В описании к патенту США № 5962857 отмечается, что в известных ОСЛ методах используется только один период возбуждения, причем длина периода возбуждения, длина периода задержки (между возбуждением и измерением) и длина периода измерения значительно (на порядок) больше, чем время жизни быстрой ОСЛ-эмиссии материала. Предложенное изобретение по патенту № 5962857 охватывает измерение ОСЛ материала, имеющего относительно стабильную «быструю» люминесценцию (микросекунды – десятки миллисекунд). ОСЛ стимулируется использованием непрерывного потока коротких (т. е. меньших, чем время жизни быстрой люминесценции) импульсов лазерного света. Интегральная интенсивность ОСЛ измеряется только между импульсами в пределах их потока, с определенной задержкой после каждого импульса возбуждения. Ключевой элемент – выбор ширины лазерного импульса, которая значительно меньше, чем время жизни быстрой ОСЛ-эмиссии материала. Достигается высокая производительность и быстрота измерения радиационной дозы в широком динамическом диапазоне, с большим отношением сигнала к шуму.

В патенте США № 6936830 решается задача создания системы и метода для того, чтобы получить измерения радиационной дозы ОСЛ оперативно, а также в процессе облучения дозиметра, в частности во время осуществления процедур радиотерапии. Используется монокристалл  $Al_2O_3$ . В режиме реального времени используется непрерывная последовательность периодических индивидуальных измерений ОСЛ. Поэтому предыдущие считывания ОСЛ уменьшают концентрацию захваченных в ловушках зарядов таким образом, что любое считывание ОСЛ больше не пропорционально полной поглощенной дозе. Этот эффект должен быть принят во внимание при интерпретации ОСЛ, считываемой в любой момент времени.

Задачей изобретения по патенту США № 6316782 является обнаружение в широком динамическом диапазоне радиационных доз (1 мГр–100 Гр) нестандартного, неправильного облучения люминесцентного образца (детектора), носимого человеком. Напри-

мер, детектор при ношении его в кармане мог быть заслонен монетой, скрепкой и т. д. или мог облучаться с перерывами, или мог быть поднесен к источнику излучения без человека для получения повышенной дозы. Рассматриваемым патентом защищен способ отображения радиационного поля для определения пространственного распределения дозы в люминесцентном детекторе, содержащий следующие операции:

- облучение детектора через абсорбирующий фильтр, позволяющее создавать сохраненный образец дозы в пределах детектора, абсорбирующий фильтр, имеющий области с высокой и низкой абсорбцией радиации, которые формируют пространственное периодическое изображение (pattern);
- возбуждение, по крайней мере, минимальной эмиссии люминесценции от детектора, выявляющей картину дозы указанного изображения (pattern);
- анализ вышеупомянутой эмиссии люминесценции, позволяющий сделать оценку пространственного распределения дозы.

Запатентована конструкция датчика, включающая детектор и фильтр, представляющий собой образец с периодическим распределением областей с пониженным коэффициентом поглощения. Запатентована и система для отображения радиационной области.

В патенте США № 7098470 отмечается, что ТЛД- и ОСЛ-способы измерения поглощенной дозы имеют высокую чувствительность и широкий динамический диапазон, но считывание является разрушительным для хранящейся в детекторе информации. Задачей изобретения является обеспечить метод радиационной дозиметрии, которая требует низких лазерных энергий для того, чтобы восстановить скрытую информацию, обеспечить радиационные измерения дозы при чрезвычайно высоких температурах, обеспечить долгое время хранения информации и многократность циклов считывания. Способ измерения дозы радиации включает следующие операции:

- облучение радиацией люминесцентного материала;
- возбуждение облученного люминесцентного материала светом;
- обнаружение флуоресцентного света, испускаемого возбужденным люминесцентным материалом, для определения интенсивности эмиссии, вызванной облучением на первом этапе;

– определение дозы радиации в зависимости от флуоресцентной эмиссии по данным калибровки.

Патент США № 7141804 защищает способ обнаружения следов одной или более тяжелых заряженных частиц, которыми был облучен люминесцентный материал, и систему для измерения пространственного распределения флюоресценции от возбужденного фотохромного люминесцентного материала в виде  $Al_2O_3:Mg,C$  и для обработки сигнала пространственного распределения флюоресценции. Производится обнаружение тепловых и быстрых нейтронов и определение параметров тяжелых заряженных частиц.

Система включает люминесцентный материал; не менее одного нейтронного конвертера; источник света для возбуждения люминесцентного материала; средства для измерения пространственного распределения флюоресценции от возбужденного люминесцентного материала. Используется фотохромный люминесцентный материал. Когда нейтронные конвертеры подвержены нейтронной радиации, они производят тяжелые заряженные частицы, которые облучают люминесцентный материал.

В заявке США № 20100102249 идет речь об измерении нейтронов и тяжелых заряженных частиц. Имеющиеся средства являются очень чувствительными к нейтронам, но громоздкими и экологически нестабильными. Предложенные в заявке технические решения основаны на учете большого количества дозиметрических параметров и анализе пространственного распределения измеренной дозы.

Предложенный дозиметр 100 (рис. 45), включает радиационно-чувствительный датчик 108, выполненный из люминесцентного материала, покрытого тремя различными конвертерами: содержащий водород пластмассовый конвертер 110, пластмассовый конвертер 112 «не содержащий водорода» и содержащий литий конвертер 114. На рис. 45, *а* изображен результат облучения нейтронами 122, имеющими энергию приблизительно 7 МэВ, производящими заряженные частицы 124 и 126 в глубине слоя 128. Дозиметр 100 (рис. 45, *а*) также экспонирован дозой фотонов 130, смешанных с нейтронами 122. На рис. 46, *б* изображен результат облучения нейтронами 222 с энергией приблизительно 1 МэВ, производящими заряженные частицы 224 и 226 в глубине слоя отображения 228. Дозиметр 100 (рис. 46, *в*) также подвержен дозе фотонов 230, сме-

шанных с нейтронами 222. На рис. 45, в изображен результат облучения нейтронами 322 с энергией приблизительно 60 кэВ (низкая энергия), производящими заряженные частицы 324 и 326 в глубине слоя отображения 328. Дозиметр 100 (рис. 45, в) также подвержен действию дозы фотонов 330, смешанных с нейтронами 322. Частицы 326 заметно превышают среднюю глубину проникновения.

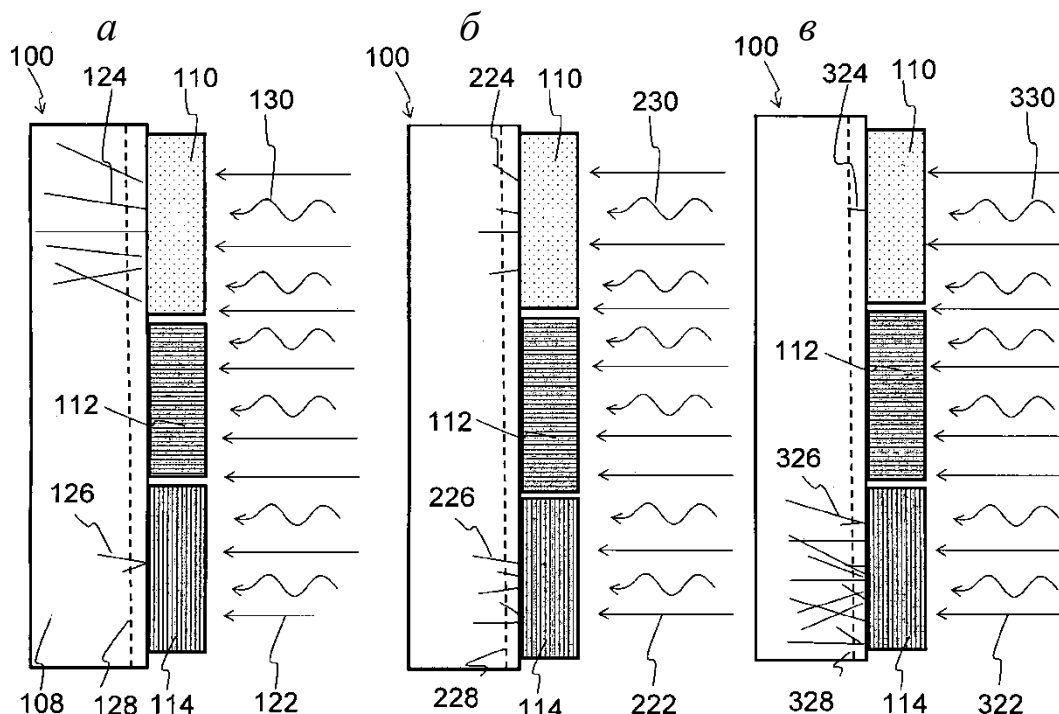


Рис. 45. Дозиметр нейтронов и тяжелых заряженных частиц при регистрации нейтронов с энергиями 7 (а), 1 (б) и 0,06 (в) МэВ

В патенте США № 6846434 описан прозрачный кристаллический материал на основе оксида алюминия для оптического хранения данных, получаемый методом Чохральского. Материал включает первый допант (магний), второй допант (углерод) и кислородные дефекты (вакансии), может включать третий допант (водород). Запатентованы составы таких материалов с разным количеством допантов, концентраций и видов дефектов типа F-центров, с глубокими ловушками. В спектрах поглощения данные типы дефектов проявляются в областях в районе 420, 230 и 255 нм, а в спектрах люминесценции в районе длин волн 330, 435, 520 и 750 нм. Материал может быть использован при создании магнитных и оптических дисков, обеспечивает высокую плотность записи информации (более  $10^{11}$  см<sup>-3</sup>), высокую скорость передачи, минимальное время

доступа, число циклов работы  $10^6$  и стабильность информационных характеристик.

Патентом США № 6811607 защищен способ получения материала для оптического хранения данных на основе оксида алюминия с магнием, углеродом, водородом и множеством дефектов, по крайней мере, одного типа. Способ включает допирование и кристаллизацию. Кристаллизация проводится при разных парциальных давлениях кислорода ( $10^{-3}$ ,  $10^{-15}$  и  $10^{-20}$  Па), при температурах, например, 2010–2090 °С, при различных скоростях вращения и перемещения выращиваемого кристалла. Материал имеет свойства, указанные в патенте № 6846434.

Патент США № 6950382 защищает способ: люминесцентная запись информации на носитель данных и стирание информации отжигом при температуре 600–700 °С. Материал носителя данных может включать как монокристалл оксида алюминия, так и оксид алюминия с допантами (магний, углерод), может иметь разные спектры поглощения (335, 630, 435 нм) и спектры эмиссии (соответственно 750 и 520 нм). Задачей изобретения является создание носителей данных, способных заменить обычные носители данных (магнитные диски, CD-ROM, DVD и т. д.). Например, фотополимеры были исследованы для использования в однобитовом или голографическом хранении данных. Однако фотополимеры показывают сильное размерное сжатие. Кроме того, самые фоточувствительные полимеры могут использоваться только при однократной записи и многократном чтении. Однажды записанные флуоресцентные фотополимеры показывают сильное сокращение флуоресцентных сигналов при неоднократном чтении. Дополнительной проблемой с большинством фотополимеров, так же как для фотопреломляющих кристаллов, другого потенциального материала для объемной однобитовой регистрации, является потребность использования импульсного сапфирового лазера, чтобы достигнуть эффективного двухфотонного поглощения. Этот тип лазеров подходит только для лабораторной демонстрации.

Изобретение предлагает метод хранения данных, использующий в качестве материала оксид алюминия, который способен обеспечить запись-чтение до 100 Мбит/с. Обеспечивается параллельная обработка на носителе данных для увеличения скорости записи-чтения. Плотность хранения данных ограничена только

пределом дифракции оптических компонентов. Обеспечивается возможность многоуровневого хранения данных вследствие зависимости флуоресцентного ответа от энергии лазера. Материал требует низких лазерных энергий для записи и чтения информации, обеспечивает чрезвычайно высокую температуру и стабильность хранения данных, не деградирует после миллионов циклов записи-чтения. Предложен аппарат, включающий люминесцентный носитель данных на основе оксида алюминия и оптический источник для возбуждения люминесцентного носителя данных.

Патент США № 7072275 содержит описание способа и устройства для записи информации на люминесцентный носитель данных, включающий оксид алюминия, с оптическим источником при использовании метода двухфотонного поглощения и метода фотоионизации, приводящей к удалению электрона от центра окраски и перемещению его в термически стабильную ловушку в люминесцентном носителе данных. Обеспечивается многоуровневая запись и считывание информации при увеличенной емкости запоминающего устройства. Скорость работы до 100 Мбит/с.

### **Детекторы УФ-излучения**

Детектирование света в ультрафиолетовом (УФ) диапазоне (длина волны меньше 400 нм) имеет широкий спектр коммерческих и военных применений. В коммерции применяют датчики пламени и нагрева, стерилизацию в медицине, приборы для измерения биодоз УФ, диагностику плазмы, мониторинг двигателей. В военной области системы УФ-детектирования применяются для обнаружения следов от двигателей ракет, наведение ракет, детектирование биологических и химических веществ, закрытая связь между искусственными спутниками (УФ-лучи не проникают сквозь озоновый слой земной атмосферы), системы связи с подводными лодками. Нитриды алюминия (AlN) и бора (BN) используются в ультрафиолетовом диапазоне длин волн. Свойства AlN приведены, например, в источнике [8]. Использование AlN и BN в качестве керамической подложки светодиодов описано в патенте США № 7279724. Полупроводниковая структура на основе BN, AlN и других соединений, используемая в виде многоволнового диода, опубликована в патенте РФ № 2328795. Керамика на основе AlN и



способ ее производства отражены в патентах США № 6690103, 5955148 и 5677052.

Известны результаты разработок и исследований по дозиметрии ультрафиолетового излучения. Например, в описании к патенту РФ № 2168716 показаны сенсор УФ-излучения, имеющего спектральный отклик, близкий к спектру чувствительности человеческой кожи, в интервале от 280 до 400 нм, дозиметр для ультрафиолетового излучения с фотодетектором и фотолюминесцентное стекло для их изготовления. Технический результат данного изобретения – повышение чувствительности. Сенсор УФ-излучения (рис. 46) состоит из пластинки 3 фотолюминесцентного стекла, которая преобразует падающее ультрафиолетовое излучение в видимый свет, цветных фильтров (1, 2 и 4) и фотодетектора 5. Функция фильтров состоит в фильтрации УФ- и видимого излучения и в коррекции спектрального отклика сенсора. Отклик должен совпадать с эритемным спектром воздействия УФ-излучения. Фотолюминесцентное стекло (пластинка 3) состоит из основных оксидов стекла, включая  $P_2O_5$ , и легирующие оксиды  $Tb_2O_3$  и  $Ce_2O_3$ .

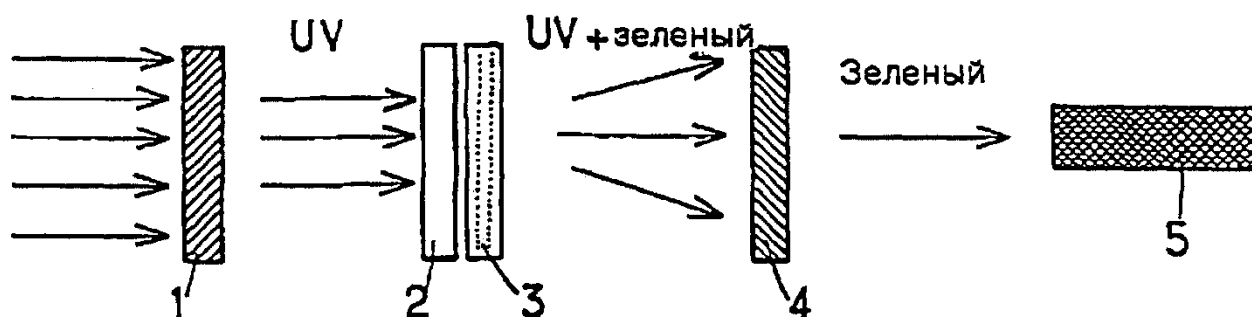


Рис. 46. Сенсор УФ-излучения

В международной заявке WO2012016316 описан дозиметр для УФ-излучения, изготавливаемый в виде печатаемого с помощью принтера на носителе чувствительного к УФ-излучению вещества, используемого в принтере вместо чернил. Накопленная доза может быть прочитана с помощью считывающего устройства, измеряющего интенсивность люминесценции в диапазоне длин волн, соответствующих характерной эмиссии используемого вещества. Напечатанное основание может содержать область, защищенную от радиационного облучения, которая используется, чтобы оценить дозу УФ-радиации. Относительное измерение может быть преобразова-

но в дозу. В случае использования вещества, которое изменяет цвет согласно полученной УФ-дозе, чтение дозы может быть визуальным, или качественным, путем сравнения цветов облученной и защищенной областей.

В статье [9] приведены результаты исследования внутренней фотостимулированной люминесценции в диапазоне 200–320 нм и фотолюминесценции в диапазоне 200–425 нм в люминофоре  $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{Si}, \text{Ti})$  для использования в дозиметре УФ-излучения. В статье [10] обсуждаются свойства термически стимулированной люминесценции (ТСЛ) и оптически стимулированной люминесценции (ОСЛ) из керамического материала  $\text{AlN-Y}_2\text{O}_3$  после воздействия УФ-излучения. Дозиметрический материал  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  был использован для сравнительных измерений. Обсуждается возможность использования  $\text{AlN-Y}_2\text{O}_3$  для дозиметрии УФ.

В патенте США 6414324 описан способ обработки детектора ультрафиолетового (УФ) излучения (280–320 нм) для ТЛ- или ОСЛ-методов с предварительной подготовкой материала ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) с использованием фототрансферной люминесценции. Задачей изобретения является создание способа измерения дозы УФ-излучения, поглощенной в течение времени от нескольких минут до нескольких дней с почти линейным откликом на УФ-облучение. Дозиметр должен измерять дозы УФ-облучения в воздухе или в воде. Кроме того, должна быть обеспечена возможность измерений с использованием ТЛ- и ОСЛ-методов при использовании всех преимуществ  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ . Способ подготовки люминесцентного материала для обнаружения УФ-излучения с использованием фототрансферной люминесценции в  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  с мелкими и глубокими ловушками включает:

- облучение детектора дозой ионизирующего излучения, достаточной для заполнения ловушек носителями заряда;
- нагревание детектора до определенной температуры в целях высвобождения носителей заряда с мелких ловушек;
- охлаждение детектора до температуры окружающей среды.

После, люминесцентный материал подвергается УФ-облучению, носители заряда высвобождаются из глубоких ловушек и перезахватываются в мелких. То есть, тепловым или оптическим возбуждением проводится детектирование перезахваченных носителей заряда.

## РАЗДЕЛ В

### ОПИСАНИЯ ПАТЕНТНЫХ ДОКУМЕНТОВ

**Пат. 2347741 РФ. Способ получения нанокристаллических покрытий на основе нанокристаллов фторида лития или фторида натрия**

А. Н. Черепанов, Е. Г. Голиков, В. Ю. Иванов, А. В. Кружалов, Ф. Г. Нешов, В. Л. Петров, Б. В. Шульгин, Ю. Ю. Упорова, М. М. Кидибаев, В. Г. Пушкин, Н. В. Николаева, В. Б. Малков. Заявл. от 27.08.2007; опубл. 27.02.2009. Бюл. № 6.

#### *Реферат*

Применение: для получения нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе.

Суть изобретения заключается в том, что нанокристаллы фторида лития или фторида натрия и нанокристаллические покрытия на их основе получают с использованием распыляющего пучка, в качестве которого применяют ионные циклотронные пучки ионов гелия  $\text{He}^+$  или ионов азота  $\text{N}^{3+}$ , которыми облучают в мишенной камере циклотрона в вакууме исходные кристаллы фторида лития или фторида натрия так, что происходит их малоугловое направленное распыление (абляция) вперед. Исходные кристаллы предварительно нагревают с помощью контактного платинового электрода и сохраняют нагретыми во время всего процесса облучения. При этом на подложке формируются отдельные нанокристаллы или нанокристаллические покрытия сплошного или островкового типа толщиной в один или несколько слоев нанокристаллов. Для повышения качества сплошных нанокристаллических покрытий распыление исходных кристаллов ведут в электрическом поле, создаваемом за счет приложения напряжения между подложкой и контактным платиновым электродом.

Технический результат: получение нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе на различных подложках (органических и неорганических, в т. ч. металлических, полупроводниковых, диэлектрических, ке-

ралических или стеклянных подложек) и возможность создания нанокристаллических покрытий сплошного или островкового типа.

### *Описание изобретения*

Изобретение относится к области получения нанокристаллов неорганических материалов и нанокристаллических покрытий на их основе, а именно относится к области получения нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе на подложках из различных материалов: неорганических (включая металлические, полупроводниковые, диэлектрические, керамические или стеклянные материалы) или органических материалов. Изобретение представляет интерес для решения ряда проблем нанотехнологий, связанных с разработкой нанокристаллических структур и гетероструктур, пригодных для создания оптоэлектронных блоков и систем многоцелевого назначения, в частности таких как волноводы, микродетекторы, индикаторы и визуализаторы ионизирующих излучений для систем радиационного мониторинга и систем неразрушающего контроля, для устройств, обеспечивающих генерацию, ограничение (ослабление) и усиление света с использованием активных одномодовых канальных волноводов, для получения миниатюрных широкополосных усилителей и лазеров, совместимых с интегральными оптическими элементами.

Известен механохимический способ получения нанокристаллов  $\text{Ca}_{1-x}\text{La}_x\text{F}_{2+x}$  из кристаллов фторидов  $\text{CaF}_2$  и  $\text{LaF}_3$  [16]. Синтез нанокристаллов по известному способу осуществляют помолотом смесей исходных ингредиентов  $\text{CaF}_2$  и  $\text{LaF}_3$ , например 90 %  $\text{CaF}_2$  и 10 %  $\text{LaF}_3$  или 80 %  $\text{CaF}_2$  и 20 %  $\text{LaF}_3$  в планетарной мельнице в атмосфере аргона. Известный способ позволяет получать нанокристаллы нестехиометрической фазы  $\text{Ca}_{1-x}\text{La}_x\text{F}_{2+x}$  в виде объемной массы размером от 5 до 50 нм, в среднем 20–30 нм. Однако известный способ не позволяет получать отдельные нанокристаллы и нанокристаллические покрытия на их основе толщиной в один или несколько слоев нанокристаллов на различных подложках, не позволяет получать нанокристаллические покрытия сплошного или островкового типа.

Известен способ получения планарных гетероструктур на базе кристаллов фторида лития с приповерхностным нано-, микро-, структурированным слоем, включающий облучение исходных кри-

сталлов фторида лития энергетическим пучком электронов или ионов гелия  $\text{He}^+$  [17]. Известный способ позволяет получать приповерхностные нано- и микроразмерные покрытия (слои) только на исходном кристалле вследствие радиационной модификации: в приповерхностных слоях исходного кристалла в результате облучения образуются наноразмерные дефекты в виде заполненных электронами вакансий (центров окраски, включая агрегатные центры окраски) или имплантированных атомов (ионов) гелия  $\text{He}^+$ , используемых для облучения. Толщина модифицированных приповерхностных слоев зависит от глубины проникновения энергетического пучка электронов или ионов гелия  $\text{He}^+$  в кристалл, которая определяется энергией пучка. Толщина модифицированных приповерхностных слоев может достигать величины от нескольких нанометров до нескольких микрон и более в случае облучения кристаллов фторида лития глубокопроникающим пучком электронов высоких энергий. Эти дефектные приповерхностные слои являются элементами планарной гетероструктуры. Однако известный способ позволяет получать нано-, микроструктурированные слои только на исходном облучаемом кристалле (мишени) и не позволяет размещать эти нано-, микроструктурированные слои на носителях-подложках другого типа: органических и неорганических (металлических, керамических и др.). Кроме того, известный способ не позволяет получать отдельные нанокристаллы.

Известен способ получения наноструктурированных приповерхностных слоев (элементов волоконных гетероструктур) кристалловолокон фторида лития или фторида натрия, включающий облучение исходных кристалловолокон циклотронным ионным пучком ионов гелия  $\text{He}^+$  или ионов азота  $\text{N}^{3+}$  (патент 22822114 РФ, МПК G01T 1/20, 1/202, 2006, Бюл. № 23). Суть известного способа заключается в облучении вращающихся исходных кристалловолокон фторида лития или фторида натрия пучком ионов гелия  $\text{He}^+$  с энергией  $(3 \pm 2)$  МэВ и флюенсом в пределах от  $10^{15}$  до  $10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> или пучком ионов азота  $\text{N}^{3+}$  с энергией  $(16 \pm 6)$  МэВ и флюенсом в пределах от  $5 \cdot 10^{14}$  до  $8 \cdot 10^{15}$  ион/см<sup>2</sup> в мишенной камере циклотрона при вакууме  $\sim 10^6$  мм рт. ст. В результате облучения в приповерхностных слоях исходных кристалловолокон фторида лития или фторида натрия образуются тонкие наноразмерные дефектные слои, толщина которых зависит от энергии облучающих

ионов. Однако известный по патенту РФ 22822114 способ позволяет получать наноструктурированные слои только на исходных облучаемых кристалловолокнах (мишенях) и не позволяет размещать эти наноструктурированные слои на носителях-подложках другого типа: органических и неорганических (металлических, керамических и др). Кроме того, известный способ не позволяет получать отдельные нанокристаллы.

Наиболее близким к заявляемому является способ получения нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе, включающий распыление на подложку исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия путем их облучения энергетическим распыляющим пучком, в качестве которого используют пучок высокоэнергетического лазерного излучения, так называемый метод лазерной абляции [18]. В рамках известного способа нанокристаллы фторида лития или фторида натрия и нанокристаллические покрытия на их основе получают в мишенной камере распыления путем облучения исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия мощным импульсным инфракрасным  $\text{CO}_2$ -лазером в атмосфере воздуха. Энергия каждого лазерного импульса 1,3–1,6 Дж, пиковая мощность 7–9 кВт, частота следования импульсов 1 Гц, длительность импульса ~300 мкс. Излучение лазера фокусируют линзой из хлорида калия и направляют на мишень под углом  $45^\circ$ . В точке касания луча поверхности исходного кристалла (мишени) возникает факел, состоящий из наночастиц распыляемого материала. Подложку устанавливают над мишенью примерно параллельно облучаемой поверхности мишени так, чтобы расстояние между мишенью и подложкой не превышало размеров лазерного факела (несколько миллиметров). Испаряемый лазерным пучком фторид лития или фторид натрия разлетается в 2 $\pi$ -геометрии в виде нанокристаллов и осаждается на подложке. Известный способ позволяет получать нанокристаллы фторида лития или фторида натрия с размерами от 5 нм и выше и нанокристаллические покрытия на их основе со средними размерами нанокристаллов в покрытии ~60 нм. Однако известный способ из-за высокой скорости процесса лазерного распыления (абляции) не позволяет надежно управлять толщиной нанокристаллических покрытий, особо когда требуется получить нанокристаллические покрытия толщиной в один или несколько слоев нанокристаллов.



Кроме того, из-за отсутствия однозначно направленных импульсов у распыляемых при лазерной абляции в  $2\pi$ -геометрии наночастиц фторида лития или фторида натрия их адгезия к подложке (прилипание к подложке) оказывается слабой, так что требуется специальный подогрев подложки (до температуры, равной 30–70 % от температуры плавления распыляемых материалов) в течение всего процесса распыления. В противном случае нанокристаллические покрытия оказываются низкого качества и могут просто осыпаться, что является существенным недостатком известного способа.

В предлагаемом способе получение нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе осуществляют распылением на подложку исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия путем их облучения энергетическим распыляющим пучком, в качестве которого используют циклотронные пучки ионов гелия  $\text{He}^+$  с энергией  $(3 \pm 2)$  МэВ или ионов азота  $\text{N}^{3+}$  с энергией  $(16 \pm 6)$  МэВ. Облучение ведут в мишенной камере циклотрона при вакууме не ниже  $10^{-6}$  мм рт. ст. Исходные кристаллы фторида лития или фторида натрия располагают под углом  $10^{-15^\circ}$  относительно пучка ионов и облучают до флюенсов  $5 \cdot 10^{15} - 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup> при постоянном нагреве в течение всего процесса облучения с помощью контактного платинового электрода, а исходные кристаллы фторида лития или фторида натрия в течение  $10^{-20}$  минут до облучения предварительно нагревают с помощью контактного платинового электрода до температуры 740–760 °С для кристалла фторида лития и 850–890 °С для кристалла фторида натрия. Нагрев до этих температур поддерживают в течение всего последующего процесса облучения. Распыление исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия ведут на подложку, которую располагают перпендикулярно распыляемой поверхности исходных кристаллов так, чтобы на нее не попадал первичный пучок ионов. Распыление исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия ведут в электрическом поле напряженностью 1000–3000 В/см, создаваемом за счет приложения напряжения между подложкой и контактным платиновым электродом.

Предварительный нагрев исходных кристаллов в вакууме до высокой температуры приводит к очистке их поверхности от водных, углеродных, азотных и других газовых включений. Под дей-

ствием ионного пучка происходит направленное малоугловое ионное распыление вперед (направленная малоугловая абляция) нагретых до достаточно высоких температур (около 85 % относительно  $T_{пл}$ ) приповерхностных слоев исходных кристаллов LiF или NaF, так что выбитые из приповерхностных слоев кристаллов отдельные ионы или наночастицы исходного вещества, имеют направленный импульс малоуглового рассеяния вперед. В итоге эти наночастицы оказываются вбитыми, вколоченными в подложку из неорганического (включая металлические, полупроводниковые, диэлектрические, керамические или стеклянные материалы) или органического материала, например на подложку из стеклоуглерода, кремния, фторида лития или фторида натрия. При этом как отдельные наночастицы, так и нанокристаллические покрытия оказываются прочно связанными с подложкой. Подогрева подложки не требуется.

Подложку устанавливают в мишенной камере циклотрона вблизи исходного кристалла перпендикулярно распыляемой поверхности исходного кристалла так, чтобы прямой пучок ионов на подложку не попадал (рис. 47). В силу статистического характера взаимодействия ионов циклотронных пучков с атомами приповерхностных слоев распыляемого материала (фторида лития или фторида натрия) на подложке формируются покрытия из наночастиц сплошного или островкового типа. Для управления процессом получения сплошных нанокристаллических покрытий высокого качества распыление исходных материалов ведут в электрическом поле напряженностью 1 000 – 3 000 В/см, создаваемом за счет приложения напряжения между подложкой и контактным платиновым электродом. Приложенное напряжение улучшает качество нанокристаллических покрытий в следствие того, что оно способствует снижению, рассасыванию объемного заряда, накапливаемого на подложке в процессе малоуглового рассеяния ионов первичного пучка.

Таким образом, сущность предлагаемого изобретения заключается в том, что нанокристаллы фторида лития или фторида натрия и нанокристаллические покрытия на их основе получают с использованием распыляющего пучка, в качестве которого применяют ионные циклотронные пучки ионов гелия  $He^+$  или ионов азота  $N^{3+}$ , которыми облучают в мишенной камере циклотрона в ваку-

уме исходные кристаллы фторида лития или фторида натрия так, что происходит их малоугловое направленное распыление (абляция) вперед.

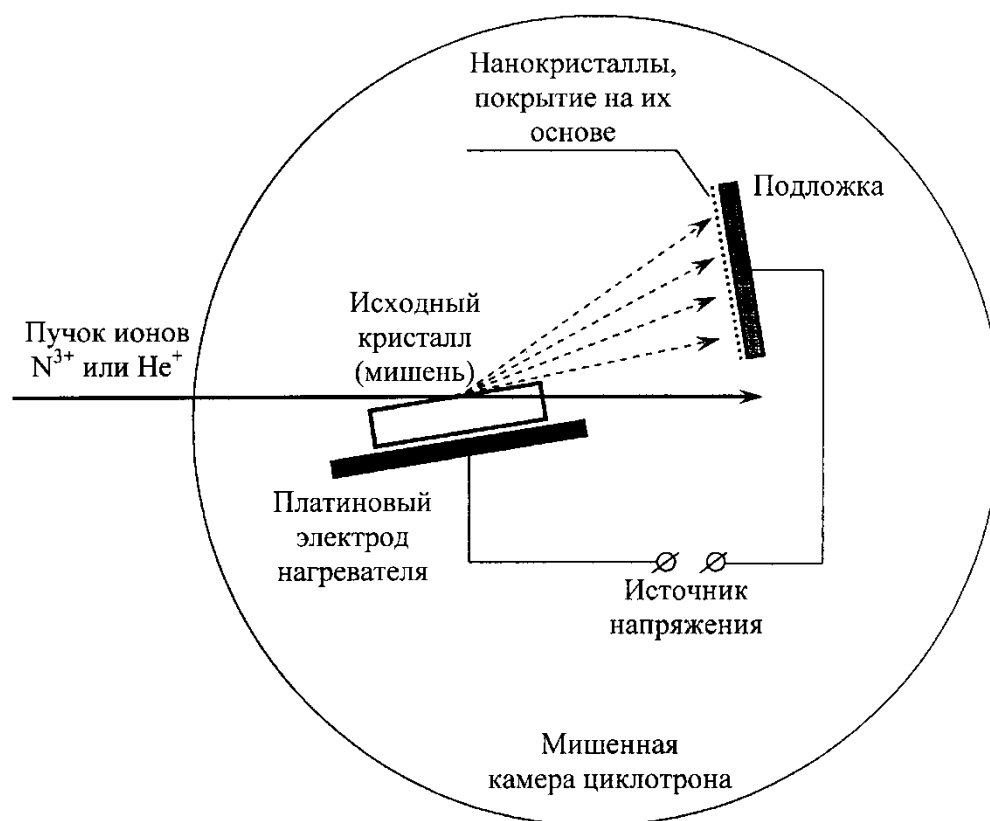


Рис. 47. Камера циклотрона с подложкой

Исходные кристаллы предварительно нагревают с помощью контактного платинового электрода и сохраняют нагретыми во время всего процесса облучения. При этом на подложке формируются отдельные нанокристаллы или нанокристаллические покрытия сплошного или островкового типа толщиной в один или несколько слоев нанокристаллов. Для повышения качества сплошных нанокристаллических покрытий распыление исходных кристаллов ведут в электрическом поле, создаваемом за счет приложения напряжения между подложкой и контактным платиновым электродом. Предварительный нагрев исходных материнских кристаллов в вакууме необходим для очистки поверхности кристаллов от газовых включений, от сорбатов. Нагрев во время всего процесса облучения необходим для уменьшения связи ионов лития/натрия и фтора с кристаллической решеткой и для увеличения выхода нанокри-

сталлов в результате малоуглового распыления вперед распыляемого материала.

Аттестация полученных нанокристаллов фторида лития и натрия и нанокристаллических покрытий на их основе проводилась с использованием методов электронной сканирующей микроскопии (использовались микроскоп японской фирмы YEOL JSM-5900 LV и микроскоп Quanta-20 фирмы «Филипс»).

Преимуществом предлагаемого способа получения нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе является их высокая адгезия к различным подложкам (органическим и неорганическим, включая металлические, полупроводниковые, диэлектрические, керамические или стеклянные подложки), а также возможность создания нанокристаллических покрытий сплошного или островкового типа.

Дополнительным преимуществом предлагаемого способа является возможность получения не только чистых (беспримесных) нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе, но и активированных примесями нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе. В частности, возможно получение нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе, активированных люминесцентно-активными примесями, например ураном.

*Пример 1.* Нанокристаллы фторида натрия и нанокристаллические покрытия на их основе получают из исходных кристаллов фторида натрия путем их направленного радиационного распыления вперед на подложку с помощью пучка ускоренных ионов азота  $N^{3+}$ . Схема процесса радиационного распыления приведена на рис. 47, на которой указано направление пучка ионов, положение исходного кристалла мишени и положение подложки. Распыление исходного кристалла фторида натрия размером  $10 \times 10 \times 1 \text{ мм}^3$  ведут в мишенной камере циклотрона при вакууме  $10^{-6}$  мм рт. ст. Кристалл располагают под углом  $15^\circ$  относительно оси пучка ионов азота  $N^{3+}$ . Энергия ионов  $N^{3+}$  равна 10 МэВ. Перед облучением исходный кристалл фторида натрия нагревают с помощью прилегающего к кристаллу контактного платинового электрода до температуры  $860^\circ\text{C}$  в течение 15 минут, после чего кристалл облучают пучком ионов азота до флюенса  $10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> (продолжительность

облучения зависит от тока пучка). Температуру кристалла во время облучения с помощью контактного платинового электрода поддерживают на уровне 860 °С. Под действием пучка ионов азота происходит направленное распыление (абляция) поверхностного слоя исходного кристалла фторида натрия с участием нескольких возможных процессов. При ударном взаимодействии ионов азота, имеющих энергию 10 МэВ, с ядрами фтора и натрия может происходить их выбивание из узлов кристаллической решетки, в результате чего образуются ионы фтора и натрия, распыляемые под малым углом вперед, которые образуют наночастицы фторида натрия на подложке. Происходит и другой процесс, связанный с разогревом поверхностного слоя распыляемого вещества фторида натрия за счет трековых эффектов, вызывающих абляционное распыление вперед наночастиц, которые попадают на подложку, вкоачиваются, вжигаются в нее, обеспечивая их высокую адгезию к подложке. Подложку из неорганического или органического материала, в данном примере из стеклоуглерода, устанавливают перпендикулярно распыляемой поверхности исходного кристалла так, чтобы на нее не попадал первичный пучок ионов. Электрическое поле не прикладывают. В результате на подложке формируются почти сплошные нанокристаллические покрытия островкового типа из отдельных наночастиц фторида натрия и их агрегатов (рис. 48). Размеры агрегатов наночастиц от 60 до 400 нм. Аналогичным образом получают люминесцирующие покрытия на основе NaF:U с характерным зеленым свечением.

*Пример 2* (то же, что в примере 1, но с приложенным электрическим полем). Нанокристаллы фторида натрия и нанокристаллические покрытия на их основе получают так же, как в примере 1, но между подложкой и контактным платиновым электродом прикладывают электрическое поле напряженностью 1 000 – 3 000 В/см, которое поляризует образуемые молекулы и нанокластеры фторида натрия и обеспечивает (стимулирует) их направленное движение к подложке.

Электрическое поле обеспечивает более равномерное, чем в примере 1, распределение наночастиц на подложке и получение наночастиц более высокого качества.

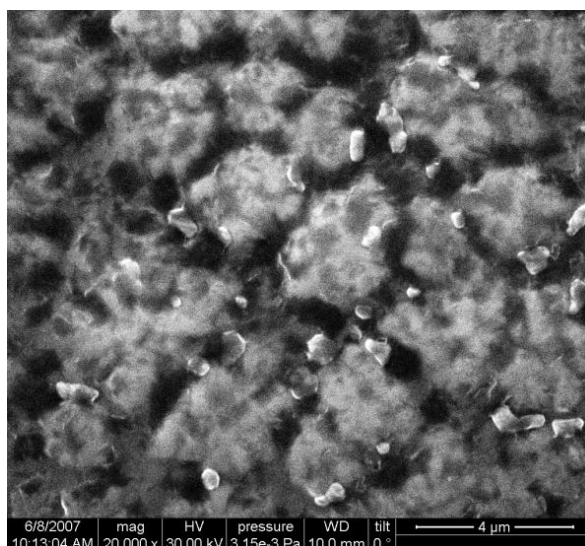


Рис. 48. Сплошное нанокристаллическое покрытие островкового типа из отдельных наночастиц фторида натрия и их агрегатов

В результате на подложке образуются сплошные нанокристаллические покрытия из наночастиц фторида натрия, показанные на рис. 49–51 при различном увеличении. Размеры наночастиц в нанокристаллических покрытиях – от 15 до 120 нм (в среднем).

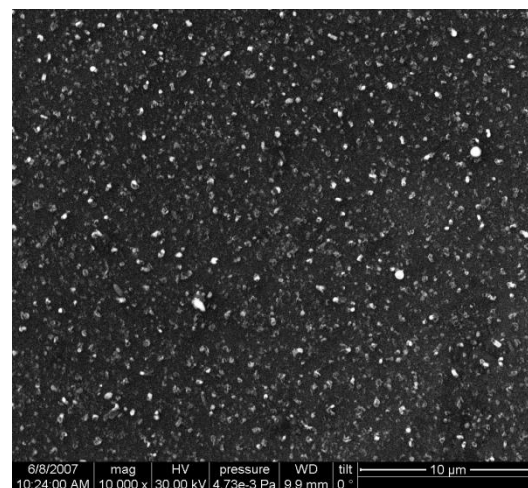
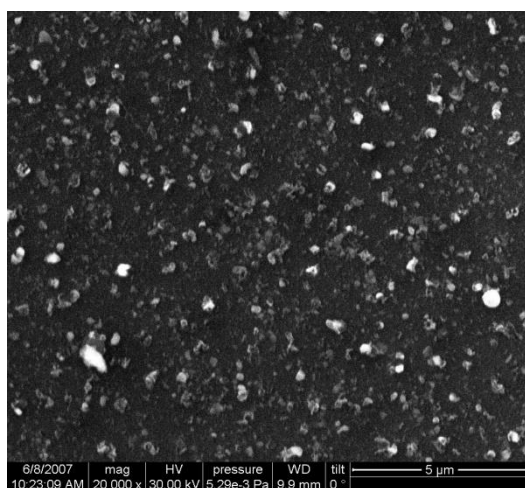


Рис. 49–50. Нанокристаллические покрытия из наночастиц фторида натрия, при различном увеличении

*Пример 3* (то же, что в примере 1, но низкая температура разогрева мишени). Нанокристаллы фторида натрия и нанокристаллические покрытия на их основе получают так же как в примере 1, но перед облучением исходный кристалл фторида натрия нагревают с помощью прилегающего к кристаллу контактного платинового электрода не до 860 °С, а до 50 °С, и поддерживают такую же температуру в течение всего процесса облучения.

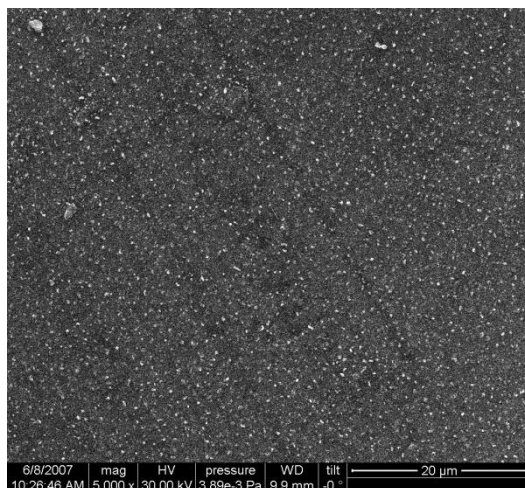


Рис. 51. Нанокристаллические покрытия из наночастиц фторида натрия

Низкая температура нагрева не обеспечивают эффективного распыления поверхностного слоя исходного кристалла фторида натрия на подложку. В результате нанокристаллические покрытия формируются нерегулярно и в виде отдельных случайных сгустков.

*Пример 4* (то же, что в примере 2, но более высокий флюенс облучения). Нанокристаллы фторида натрия и нанокристаллические покрытия на их основе получают так же, как в примере 2, но кристалл облучают пучком ионов азота до флюенса  $10^{17}$  ион/см<sup>2</sup> (продолжительность облучения зависит от тока пучка). В результате на подложке образуются сплошные нанокристаллические покрытия из наночастиц фторида натрия, типа покрытий из примера 2, но более плотные. Более высокий флюенс (более  $10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>) требует больших затрат и экономически не эффективен.

Приемлемыми энергиями ионов  $N^{3+}$  и  $He^+$ , применяемых для распыления кристаллов NaF и получения нанокристаллических покрытий, являются энергии в пределах  $(16 \pm 6)$  МэВ и  $(3 \pm 2)$  МэВ соответственно.

*Пример 5.* Нанокристаллы фторида лития и нанокристаллические покрытия на основе фторида лития получают из исходных материнских кристаллов фторида лития путем их направленного радиационного распыления вперед с помощью пучка ускоренных ионов  $He^+$ . Схема процесса радиационного распыления такая же, как и в примере 1 (см. рис. 47). Распыление исходного кристалла фторида лития размером  $10 \times 10 \times 1$  мм<sup>3</sup> ведут в мишенной камере циклотрона при вакууме  $10^{-6}$  мм рт. ст. Кристалл располагают под



углом  $15^\circ$  относительно оси пучка ионов гелия. Энергия ионов  $\text{He}^+$  3 МэВ. Перед облучением исходный кристалл LiF нагревают с помощью прилегающего к кристаллу контактного платинового электрода до температуры  $750^\circ\text{C}$  в течение 10 мин, после чего кристалл облучают пучком ионов гелия до флюенса  $10^{16}$  ион/ $\text{cm}^2$ . Температуру кристалла во время облучения с помощью контактного платинового электрода поддерживают на уровне  $750^\circ\text{C}$ . Под действием пучка ионов гелия происходит малоугловое направленное вперед распыление (абляция) поверхностного слоя исходного кристалла фторида лития на подложку из фторида лития. Процессы распыления исходного вещества аналогичны процессам, протекающим при распылении фторида натрия (см. пример 1). Подложку из неорганического или органического материала, в данном примере подложку из фторида лития, устанавливают перпендикулярно распыляемой поверхности исходного кристалла так, чтобы на нее не попадал первичный пучок ионов. Электрическое поле не прикладывают. В результате на подложке образуются нанокристаллические покрытия из наночастиц LiF островкового типа (рис. 52). Более равномерные нанокристаллические покрытия на основе LiF образуются при приложении электрического поля порядка 1000–3000 В/см между распыляемым материнским кристаллом и подложкой.

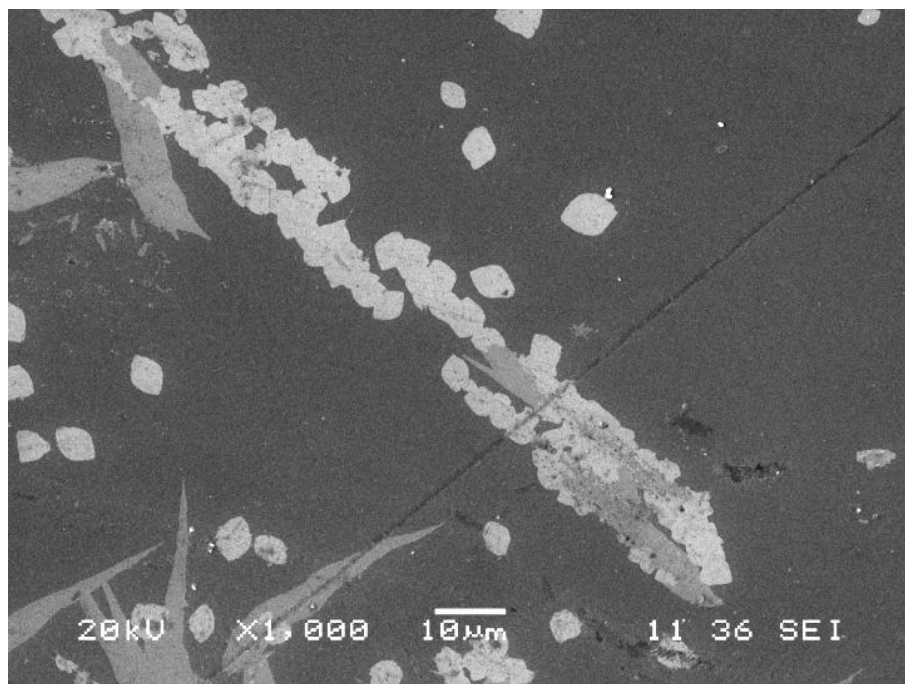


Рис. 52. Изображение нанокристаллического покрытия из наночастиц LiF островкового типа

### *Формула изобретения*

1. Способ получения нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе, включающий распыление на подложку исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия путем их облучения энергетическим распыляющим пучком, отличается тем, что в качестве энергетического распыляющего пучка используют циклотронные пучки ионов  $\text{He}^+$  с энергией  $(3 \pm 2)$  МэВ или ионов  $\text{N}^{3+}$  с энергией  $(16 \pm 6)$  МэВ, облучение ведут в мишенной камере циклотрона при вакууме не хуже  $10^{-6}$  мм рт. ст., исходные кристаллы фторида лития или фторида натрия располагают под углом  $10\text{--}15^\circ$  относительно пучка ионов и облучают до флюенсов  $5 \cdot 10^{15}\text{--}10^{17}$  ион/см<sup>2</sup> при постоянном нагреве в течение всего процесса облучения с помощью контактного платинового электрода.

2. Способ по п.1 отличается тем, что исходные кристаллы фторида лития или фторида натрия в течение 10–20 мин до облучения предварительно нагревают с помощью контактного платинового электрода до температуры 740–760 °С для кристалла фторида лития и 850–890 °С для кристалла фторида натрия; нагрев до этих температур поддерживают в течение всего последующего процесса облучения.

3. Способ по п.1 отличается, поскольку распыление исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия ведут на подложку, располагающуюся перпендикулярно поверхности исходных кристаллов так, чтобы на нее не попадал первичный пучок ионов.

4. Способ по п.1 отличается тем, что распыление исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия ведут в электрическом поле напряженностью 1000–3000 В/см, создаваемом за счет приложения напряжения между подложкой и контактным платиновым электродом.

## **Пат. 2348923 РФ. Способ обнаружения наноразмерной фракции кристаллов фторида натрия на подложке**

Б. В. Шульгин, Р. М. Кадушников, А. Н. Черепанов,  
Ю. Ю. Упорова, А. В. Ищенко, В. Б. Малков. Заявл. от 21.11.2007;  
опубл. 10.03.2009. Бюл. №7.

### *Реферат*

Применение: для определения наноразмерной фракции кристаллов фторида натрия в нанокристаллических покрытиях на подложках в продуктах плазменного или лазерного распыления кристаллов фторида натрия без применения электронных микроскопов.

Сущность способа заключается в том, что обнаружение наноразмерной фракции кристаллов фторида натрия проводят путем измерения дозовой зависимости световых импульсной катодолюминесценции  $S_k$  анализируемых продуктов плазменного или лазерного распыления на подложке и последующего сравнения полученной дозовой зависимости  $S_k$  с дозовыми зависимостями световых импульсной катодолюминесценции для эталонных наноразмерных и объемных кристаллов  $S_k^{\text{нано}}$  (эталон) и  $S_k^{\text{объем}}$  (эталон) соответственно.

Технический результат: возможность определения наноразмерной фракции кристаллов фторида натрия в нанокристаллических покрытиях на подложках в продуктах плазменного или лазерного распыления кристаллов фторида натрия без применения электронных микроскопов.

### *Описание изобретения*

Изобретение относится к области нанотехнологии, связанной с индикаторным определением размерности нанокристаллической продукции, особо связанной с установлением наличия наноразмерной фракции кристаллов фторида натрия в нанокристаллических покрытиях на подложках в продуктах плазменного или лазерного распыления кристаллов фторида натрия без применения электронных микроскопов; оно может найти применение в химической и оптоэлектронной промышленности при контроле качества изготовления оптически активных низкоразмерных покрытий на основе фторида натрия и изделий на их основе: волноводов, линий за-

держки, планарных люминесцентных индикаторов, планарных быстрых сцинтилляторов, элементов фотоники и интегральной оптики.

Доказательством наличия наночастиц любых материалов на любых подложках служат их фотографии, получаемые с использованием электронных микроскопов, обеспечивающих увеличение в десятки тысяч раз. Методы микроскопии являются основными методами обнаружения наночастиц. Известен способ обнаружения наноразмерной фракции кристаллов фторида натрия, активированных ураном, в продуктах лазерного распыления (лазерной абляции) на подложках, с использованием растрового электронного микроскопа [19, 20]. Наноразмерная фракция частиц  $\text{NaF:U}$ , полученных методом лазерной абляции на молибденовой подложке, достоверно обнаруживается на фотографиях. Однако для осуществления известного способа необходимо применение дорогостоящих электронных микроскопов. В известном способе применялся растровый электронный микроскоп JSM-S900 LV японской фирмы JEOL. При отсутствии в лаборатории электронных микроскопов проведение экспрессного, индикаторного обнаружения наноразмерных фракций частиц в продуктах лазерного или плазменного распыления кристаллов фторида натрия методами микроскопии невозможно.

Известно (патент РФ 2243573 от 23.07.2003. Оpubл. 27.12.2004. Бюл. № 36) применение объемных большеразмерных кристаллов фторида натрия для изготовления на их основе сцинтилляционных экранов путем облучения кристаллов фторида натрия циклотронным пучком ионов  $\text{He}^+$  с флюенсом (дозой) не менее  $10^{18} \text{ см}^{-2}$ . Облучение приводит к образованию в приповерхностных слоях неактивированных кристаллов фторида натрия люминесцентно активных устойчивых центров окраски с полосами свечения при рентгеновском возбуждении в синей (430–440 нм) и красной (~650 нм) областях спектра. Однако дозовая зависимость выхода люминесценции центров окраски в объемных кристаллах  $\text{NaF}$  в известном патенте РФ 2243573, в котором использовалась методика ионного облучения, не определялась, а возможность использования импульсной катодолюминесценции центров окраски в кристаллах фторида натрия для обнаружения наноразмерной фракции частиц этого материала в рамках метода люминесцентной

индикации в известном патенте РФ 2243573 не упоминается и не обсуждается. Известная по патенту РФ 2243573 разработка сцинтилляционных экранов не позволяет обнаруживать наноразмерную фракцию кристаллов фторида натрия в продуктах его плазменного или лазерного распыления.

Известен способ изготовления гетероструктур (патент РФ 2282214, опубл. 20.08.2006. Бюл. № 23) на основе волоконных кристаллов фторида натрия путем облучения вращающихся волокон NaF пучком ионов гелия или ионов азота с флюенсом  $5 \cdot 10^{14} - 2 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ . Образующийся вследствие радиационной модификации кристалла приповерхностный дефектный слой имеет повышенное, вызванное воздействием радиации содержание дефектов в виде центров окраски  $F_3^{+}$ - и  $F_2$ -типа, люминесцирующих в красно-оранжевой области спектра 550–650 нм. Однако дозовая зависимость выхода люминесценции центров окраски в волоконных кристаллах NaF при ионном облучении не определялась. Не определялась она в патенте РФ 2282214 или где-либо в другом месте и при импульсном электронном воздействии, т. е. при измерениях импульсной катодолюминесценции нанокристаллов NaF. Способ по патенту 2282214 не позволяет определять наличие наноразмерной фракции кристаллов фторида натрия в продуктах распыления.

Наиболее близким к заявляемому способу, не требующему применения электронных микроскопов, является способ с использованием спектров импульсной катодолюминесценции кристаллов фторида натрия [21, 22, 23]. Известный способ применяется для обнаружения наноразмерной фракции кристаллов фторида натрия NaF:U, Cu в продуктах лазерного распыления этих кристаллов по виду тонкой структуры их спектров импульсной катодолюминесценции. Способ позволяет подтвердить наличие или отсутствие нанокристаллической фракции кристаллов NaF:U, Cu на различных подложках, проводя сравнение спектров импульсной катодолюминесценции (ИКЛ) нанокристаллических и крупноразмерных образцов NaF:U. Спектры ИКЛ для обоих типов образцов приведены на рис. 53. Эти спектры отличаются друг от друга по числу и интенсивности линий. Детальный анализ этих спектров NaF:U, выполненный в известной работе «Люминесценция ионов урана в кристаллах фторида натрия» [24], показал, что в общем случае в спектрах имеется более сотни линий, связанных с различными центра-

ми свечения, включающими кислородно-урановые комплексы, а именно с девятью «магнитными» и «электрическими» электронно-колебательными сериями излучательных переходов в сложных центрах свечения, содержащих кислород и ионы урана  $U^{6+}$  ( $UO_6F$ ,  $UO_4F_2+O$  и др.).

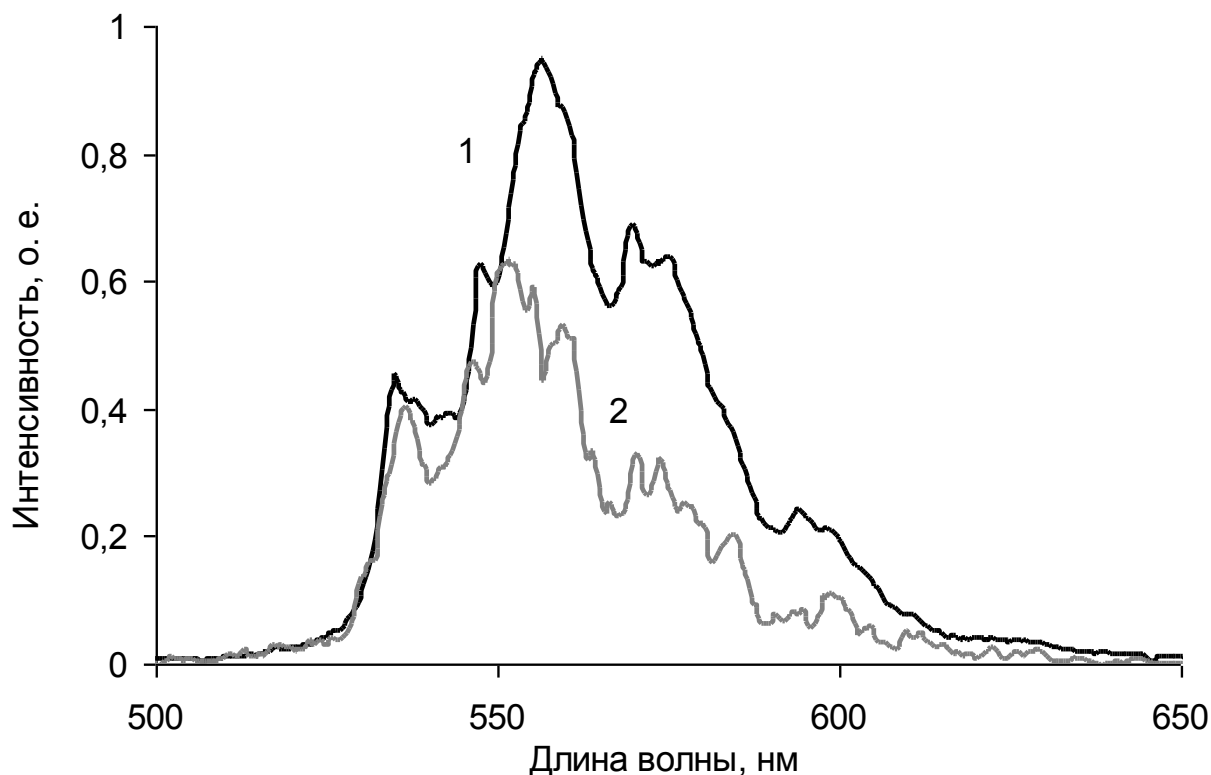


Рис. 53. Спектры ИКЛ для двух типов образцов:  
1 – NaF:U, Cu; 2 – NaF:U

Как было отмечено выше, спектры ИКЛ объемных и наноразмерных образцов NaF:U существенно различаются. Их детальный анализ позволяет по интенсивности, по числу линий и по их положению обнаруживать наноразмерную фракцию активированных кристаллов фторида натрия в продуктах лазерной абляции в рамках метода люминесцентной индикации. Однако известный способ не пригоден для обнаружения наноразмерных кристаллов неактивированных кристаллов фторида натрия. Неактивированные кристаллы NaF, не содержащие  $U^{6+}$ –O-центры свечения, как объемные, так и наноразмерные, обладают широкими синей и красной полосами свечения в спектрах ИКЛ, по виду которых нельзя определить

размерность анализируемых кристаллов при сравнении спектров ИКЛ наноразмерных и объемных образцов.

Задачей изобретения является разработка способа обнаружения наноразмерной фракции кристаллов фторида натрия на подложке в продуктах плазменного или лазерного распыления исходного кристалла фторида натрия.

Поставленная задача осуществляется следующим образом. С использованием спектров импульсной катодолюминесценции проводят обнаружение наноразмерной фракции кристаллов фторида натрия путем измерения дозовой зависимости световыхода импульсной катодолюминесценции  $S_k$  анализируемых продуктов плазменного или лазерного распыления на подложке и последующего сравнения полученной дозовой зависимости  $S_k$  с дозовыми зависимостями световыходов импульсной катодолюминесценции для эталонных наноразмерных и объемных кристаллов  $S_k^{\text{нано}}$  (эталон) и  $S_k^{\text{объем}}$  (эталон) соответственно, причем дозовую зависимость световыхода импульсной катодолюминесценции  $S_k$  определяют для синей ( $\lambda = 420\text{--}440$  нм) и красно-оранжевой ( $\lambda = 580\text{--}660$  нм) полос ИКЛ анализируемых продуктов распыления исходных кристаллов фторида натрия для последующего сравнения с эталонными дозовыми зависимостями световыхода  $S_k^{\text{нано}}$  и  $S_k^{\text{объем}}$ , измеренными для синей и красно-оранжевой полос ИКЛ эталонных наноразмерных и объемных кристаллов NaF. При этом дозовую зависимость световыхода  $S_k$  для анализируемых продуктов распыления кристаллов фторида натрия, а также для эталонных наноразмерных и объемных кристаллов фторида натрия измеряют после импульсного электронного облучения в пределах флюенса от  $8 \cdot 10^{13}$  до  $5,5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$  и более, при токе электронного пучка в импульсе 1 000 А, длительности импульса 2 нс, длительности светосбора 10 мс, при числе импульсов возбуждения в пачке импульсов 16 или 32 и при общем числе импульсов облучения-возбуждения до 1 000 и более.

Вид измеренной дозовой зависимости выхода импульсной катодолюминесценции в синей и красной полосах свечения для анализируемых образцов – продуктов плазменного или лазерного распыления кристаллов NaF, содержащих фракцию наноразмерных кристаллов (или для нанокристаллов NaF, полученных другим возможным способом), сравнивается с видом дозовой зависимости



световыхода импульсной катодолюминесценции в тех же синей и красно-оранжевой полосах свечения для эталонных наноразмерных образцов кристаллов NaF (наноразмерность которых подтверждена методами электронной микроскопии) и эталонных большего размера образцов кристаллов NaF. Предварительные систематические исследования спектроскопических свойств объемных и наноразмерных кристаллов фторида натрия, включая анализ электронных возбуждений, связанных с центрами окраски этих кристаллов, проведенные при разработке предлагаемого изобретения, показали, что дозовые зависимости световыхода ИКЛ для наноразмерной фракции кристаллов NaF и для объемных кристаллов NaF различаются. Для нанокристаллов световыход ИКЛ в синей полосе свечения (во всем диапазоне измеренных флюенсов  $8 \cdot 10^{13} - 5,5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ ) монотонно уменьшается, для красно-оранжевой полосы он тоже уменьшается (но в ограниченном диапазоне флюенсов  $8 \cdot 10^{13} - 1,5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ ), хотя и незначительно. Для объемных образцов световыход ИКЛ красно-оранжевой полосы увеличивается, начиная с малых доз облучения во всем диапазоне флюенсов  $8 \cdot 10^{13} - 5,5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$  и более. Это позволяет делать заключение о наличии или отсутствии наноразмерной фракции кристаллов NaF в продуктах плазменного или лазерного распыления по виду дозовой зависимости световыхода синей и красно-оранжевой полос ИКЛ-центров окраски.

Сущность изобретения заключается в следующем. С помощью полностью автоматизированной установки для исследования импульсной катодолюминесценции (типа «КЛАВИ-Р», разработка Института электрофизики УрО РАН) проводят измерение дозовой зависимости  $S_k$  световыхода ИКЛ анализируемых образцов – продуктов плазменного или лазерного распыления исходного материнского кристалла NaF на подложке. Предпочтение отдается нелюминесцирующей металлической радиационно устойчивой подложке из молибдена. С помощью «КЛАВИ-Р» проводят возбуждение ИКЛ анализируемых образцов импульсным электронным пучком, ток пучка в установке «КЛАВИ-Р» 1 000 А, длительность импульса 2 нс, время нарастания импульса 0,6 нс [25]. Доза облучения, получаемая образцом, или флюенс облучения, создаваемый одним выстрелом электронной пушки равен  $\sim 5 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$ . В предлагаемом способе каждое очередное измерение световыхода ИКЛ проводят

после 16 импульсов электронной пушки (для более экспрессного набора дозы). При длительности возбуждающего импульса 2 нс длительность светосбора для каждого измерения составляла 10 миллисекунд. Такое время светосбора достаточно для регистрации основных быстрой и медленной компонент собственной люминесценции в синей полосе ( $\lambda = 420\text{--}440$  нм,  $\tau_6 < 15$  нс и  $\tau_m = 8\text{--}12$  мкс) и быстрой компоненты в красно-оранжевой полосе ( $\lambda = 560\text{--}620$  нм,  $\tau_6 < 15$  нс). Медленная компонента (2 мкс), в послесвечении полосы 580–620 нм также имеется, однако ее амплитуда составляет 2 % от амплитуды быстрой компоненты и может не учитываться.

Синяя полоса может быть предположительно связана с возбуждением и девозбуждением F-центров по каналу релаксации  $F + e \rightarrow (F^-)^* \rightarrow F^- + h\nu$  (синее свечение)  $\rightarrow F + e$  (здесь  $(F^-)^*$  – возбужденный F<sup>-</sup>-центр) и возможно с примешивающимся девозбуждением примесного кислорода, который может находиться в приповерхностных слоях кристаллов NaF в виде сорбатов. Красная полоса однозначно связывается с хорошо известной люминесценцией агрегатных F<sub>2</sub> (620–650 нм) и F<sub>3</sub><sup>+</sup> (560–580 нм) центров. В последнем случае возможны следующие каналы девозбуждения:  $F_2^- + e \rightarrow (F_2)^* \rightarrow F_2 + h\nu$  (красное свечение) или  $F_3 + p$  (дырка)  $\rightarrow F_3^+ + \text{экситон} \rightarrow (F_3^+)^* \rightarrow F_3^+ + h\nu$  (оранжевое свечение). Свечение F<sub>2</sub>- и F<sub>3</sub><sup>+</sup>-центров происходит одновременно и проявляется как красно-оранжевое.

Типичный вид спектров ИКЛ для нанокристаллов NaF в диапазоне 350 – 800 нм показан на рис. 54 для флюенса  $\sim 10^{15}$  см<sup>-2</sup>, а для объемных кристаллов NaF на рис. 55 для флюенсов облучения:  $8 \cdot 10^{13}$  см<sup>-2</sup>;  $3,2 \cdot 10^{14}$  см<sup>-2</sup>;  $5,5 \cdot 10^{15}$  см<sup>-2</sup> соответственно. Дозовая зависимость  $S_k$  световыхода ИКЛ для анализируемых продуктов плазменного или лазерного распыления кристаллов NaF приведена на рис. 56 для синей и красной полос (обозначено как пик 1 и пик 2 соответственно). Она идентична дозовой зависимости световыхода  $S_k^{\text{нано}}$  (эталон) ИКЛ для нанокристаллов NaF, полученных методом плазменного распыления (рис. 57).

Аттестация нанокристаллов NaF, используемых в качестве эталонных, была проведена с помощью электронного микроскопа. Фотография аттестованных (используемых в предлагаемом методе в качестве эталонных) нанокристаллов фторида натрия приведена

на рис. 58. Дозовая зависимость эталонного световыхода  $S_k^{\text{объем}}$  (эталон) ИКЛ объемных кристаллов NaF приведена на рис. 59. Измерение дозовой зависимости световыхода ИКЛ проводили с использованием 1 000 – 3 000 (и более) импульсов электронного возбуждения, что соответствует флюенсу от  $8 \cdot 10^{13}$  до  $5,5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$  (и более). После каждого возбуждения кристаллов NaF пучком (16 или 32) электронных импульсов измеряли спектр ИКЛ, в котором хорошо выделялись синяя и красно-оранжевая полосы свечения (пик 1 и пик 2). Программное обеспечение позволяло определить интенсивность этих полос (пики)  $J_1$  и  $J_2$ :

$$J_k^i = A_i \exp \left( -\frac{1}{2} \left( \frac{W - W_i}{\sigma_i} \right)^2 \right), \quad (1)$$

где  $A_i$  – амплитуда синего или красно-оранжевого пика;  $k$  – номер измерения (соответствующий по мере увеличения  $k$  все более высоким флюенсам);  $W_i$  – центр тяжести пика;  $\sigma_i$  – стандартное отклонение.

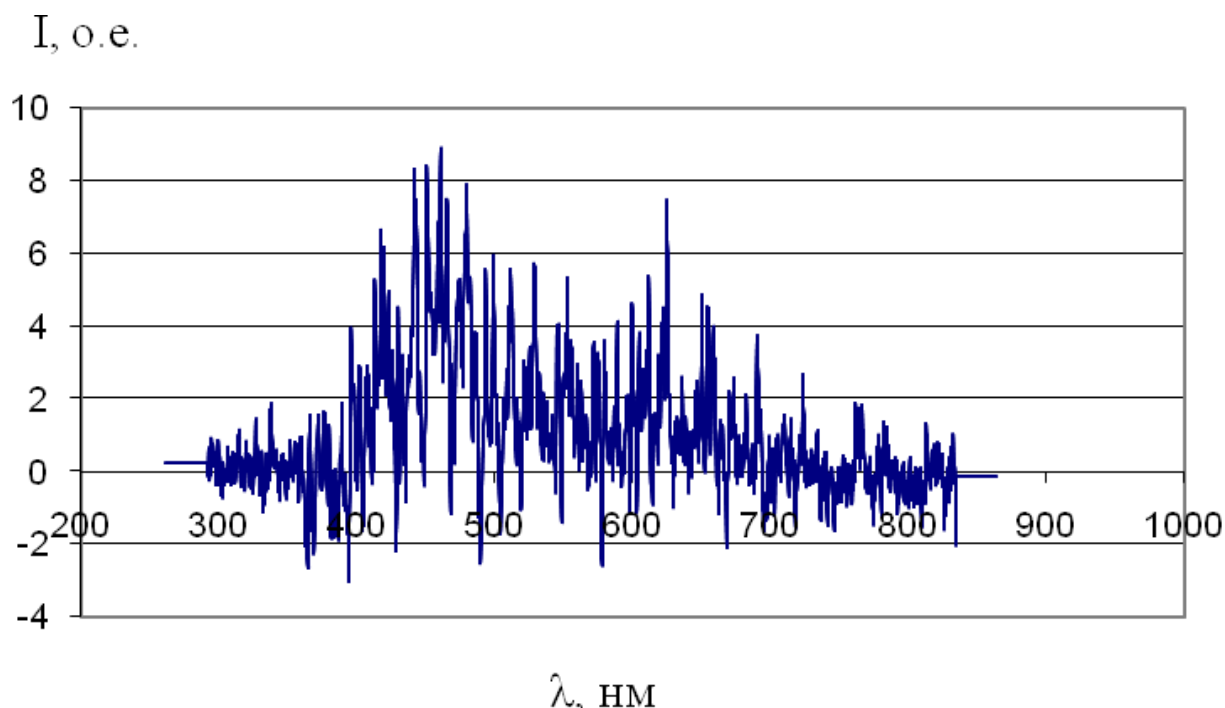


Рис. 54. Спектр ИКЛ нанокристаллов NaF для флюенса  $\sim 10^{15} \text{ см}^{-2}$

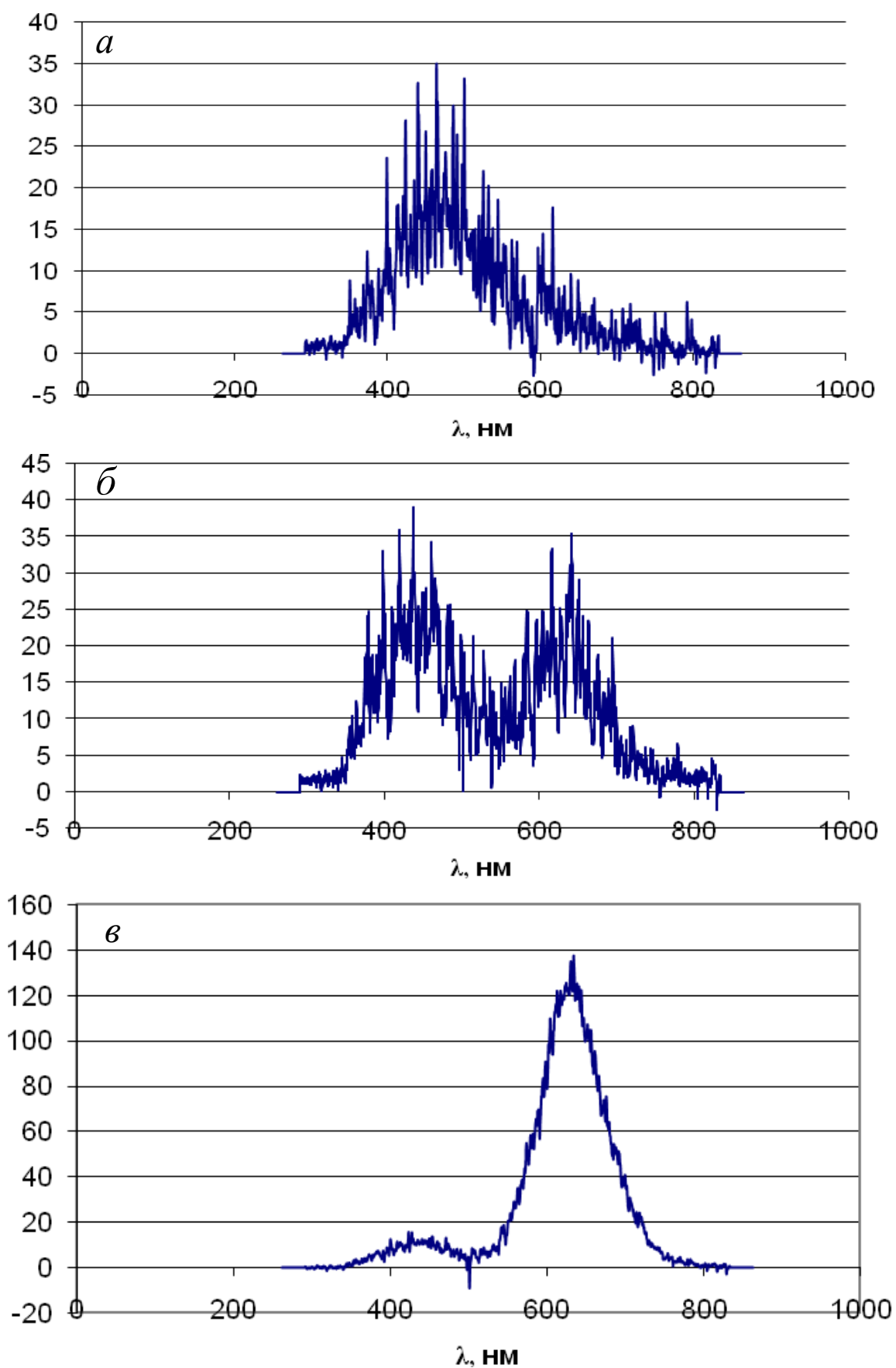


Рис. 55. Спектры ИКЛ объемных кристаллов NaF для флюенсов облучения:  
 $a - 8 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$ ;  $б - 3,2 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ ;  $в - 5,5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$

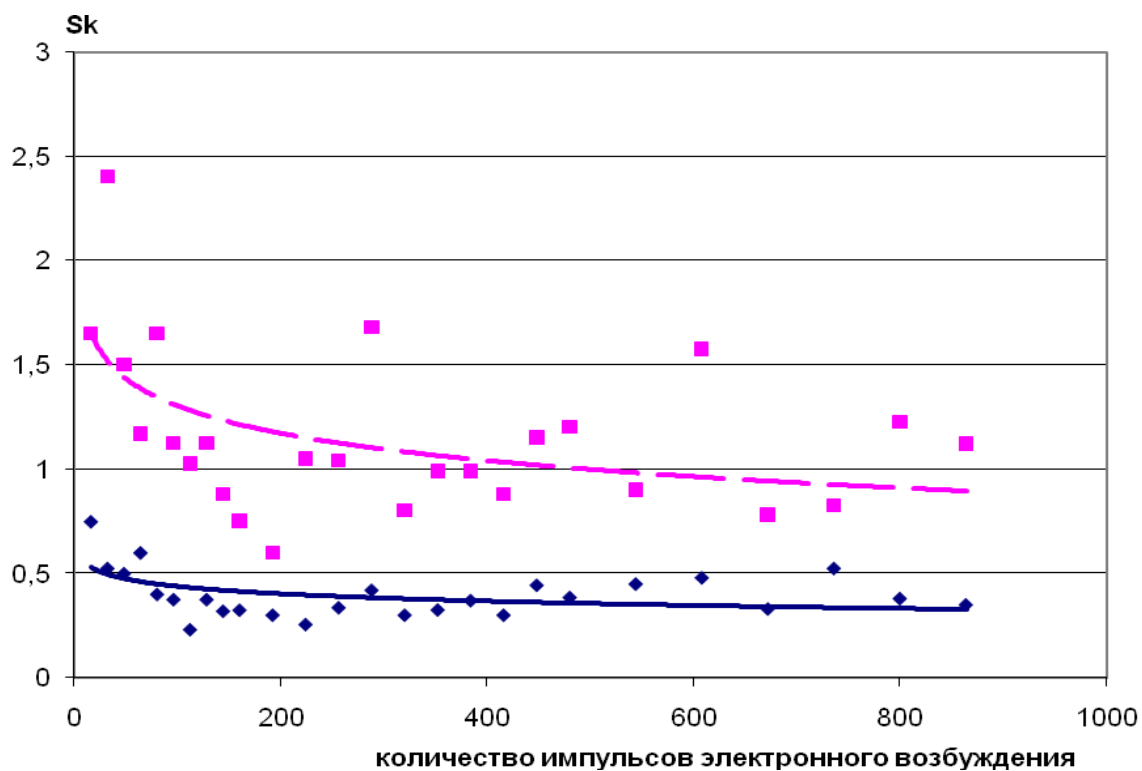


Рис. 56. Дозовая зависимость  $S_k$  световыхода ИКЛ для анализируемых продуктов плазменного или лазерного распыления кристаллов NaF для синей и красной полос

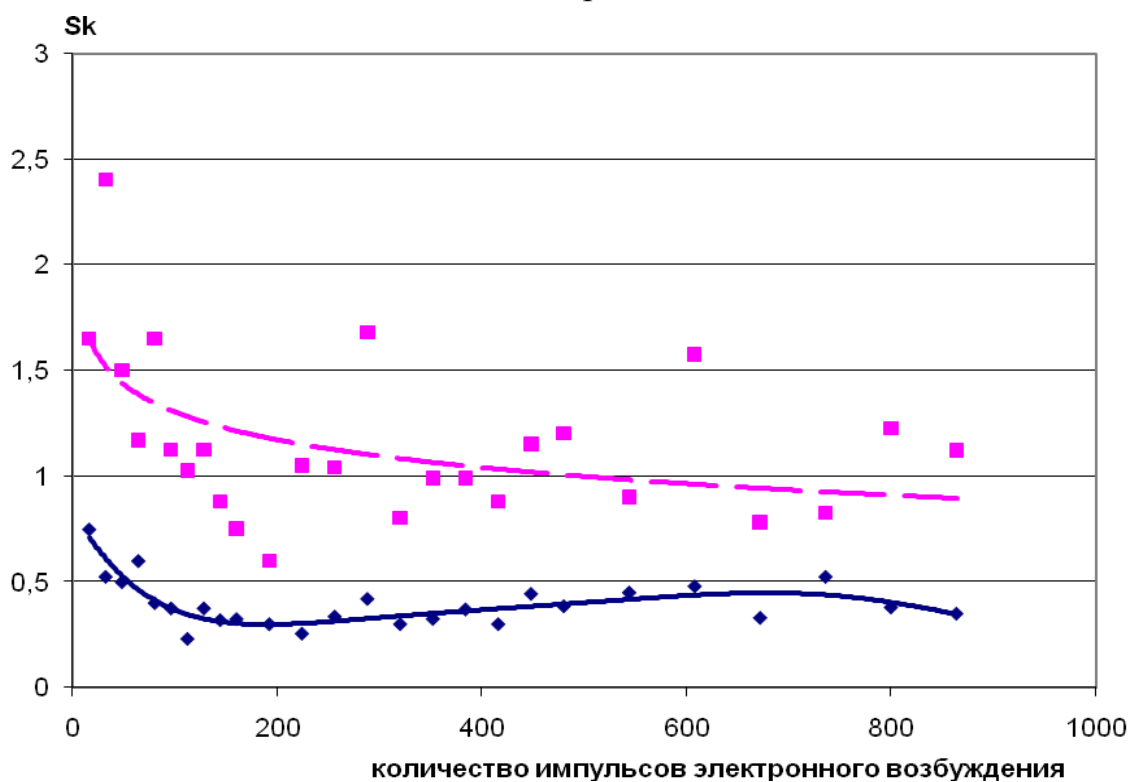


Рис. 57. Дозовая зависимость световыхода  $S_k^{\text{нано}}$  (эталон) ИКЛ для нанокристаллов NaF, полученных методом плазменного распыления

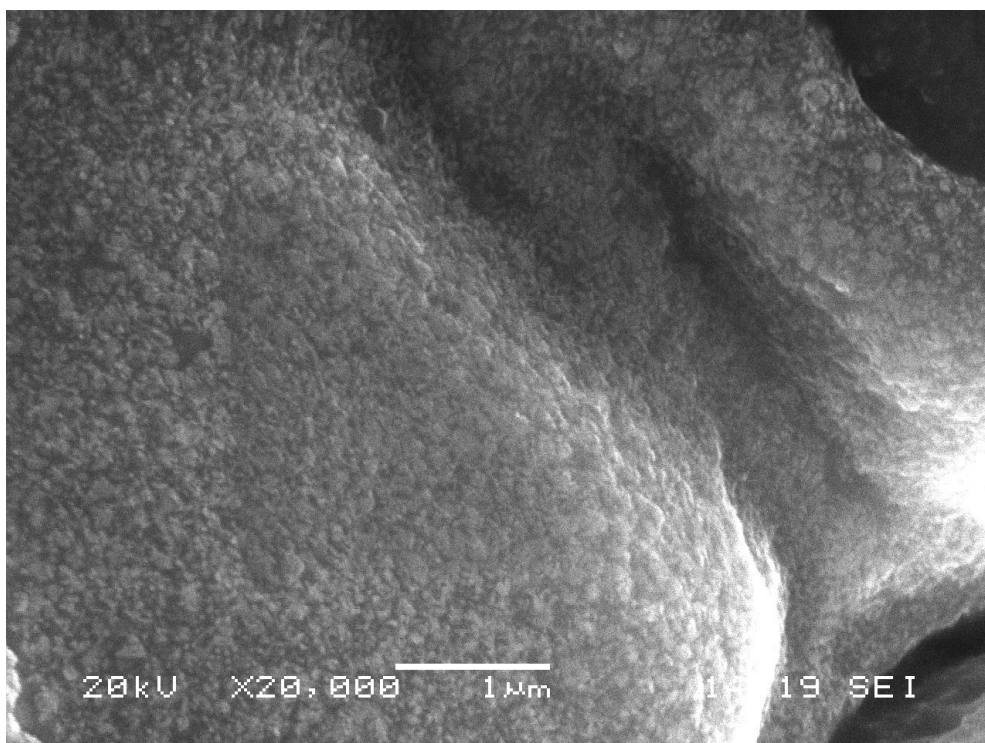


Рис. 58. Изображение аттестованных нанокристаллов фторида натрия

Затем для каждого  $k$ -го измерения после возбуждения образца пачкой (16 или 32) импульсов определялся световыход ИКЛ  $S_{ki}$  отдельно для синей и красно-оранжевой полос, равный соответственно площади для синей и красно-оранжевой полос:

$$S_k^i = A_i \sigma_i \sqrt{2\pi}. \quad (2)$$

Сравнение дозовых зависимостей  $S_k$ , приведенных на рис. 56, 57 и 59, позволяет констатировать следующее. Дозовая зависимость световыхода синей и красно-оранжевой полос ИКЛ для нанокристаллической фракции образцов NaF характеризуется спадом  $S_k^{\text{нано}}$  для синей (в диапазоне флюенсов  $8 \cdot 10^{13} - 5,5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ ) и слабым спадом для красно-оранжевой полосы ИКЛ (в диапазоне флюенсов  $8 \cdot 10^{13} - 1,5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ ). При более высоких флюенсах, чем  $1,5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ , электронного облучения возможен рост  $S_k^{\text{нано}}$  для красной полосы. Для дозовой зависимости  $S_k^{\text{объем}}$  (эталон) световыход красно-оранжевой полосы ИКЛ возрастает (рис. 59), при наблюдаемом спаде световыхода синей полосы ИКЛ во всем диапазоне флюенсов. Обнаруживаемое для дозовой зависимости  $S_k$  отсутствие роста световыхода для красно-оранжевой полосы ИКЛ кристаллов NaF в диапазоне малых и средних флюенсов  $8 \cdot 10^{13} - 1,5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$  является достоверным признаком того, что наблюдае-

мая ИКЛ связана с нанокристаллами NaF, т. е. является признаком наличия нанокристаллической фракции кристаллов NaF в продуктах лазерного или плазменного распыления исходных материнских кристаллов NaF. Наночастицы NaF обладают более высоким совершенством: в них меньше агрегатных центров  $F_2^-$  и  $F_3^{+}$ -типа, а имеющиеся и возникающие в результате облучения  $F_2$ -агрегатные центры из-за повышенного отношения поверхность–объем для наночастиц быстрее достигают поверхности нанокристалликов и выходят из игры, т. е. не дают того вклада в ИКЛ, который наблюдается для объемных образцов NaF.

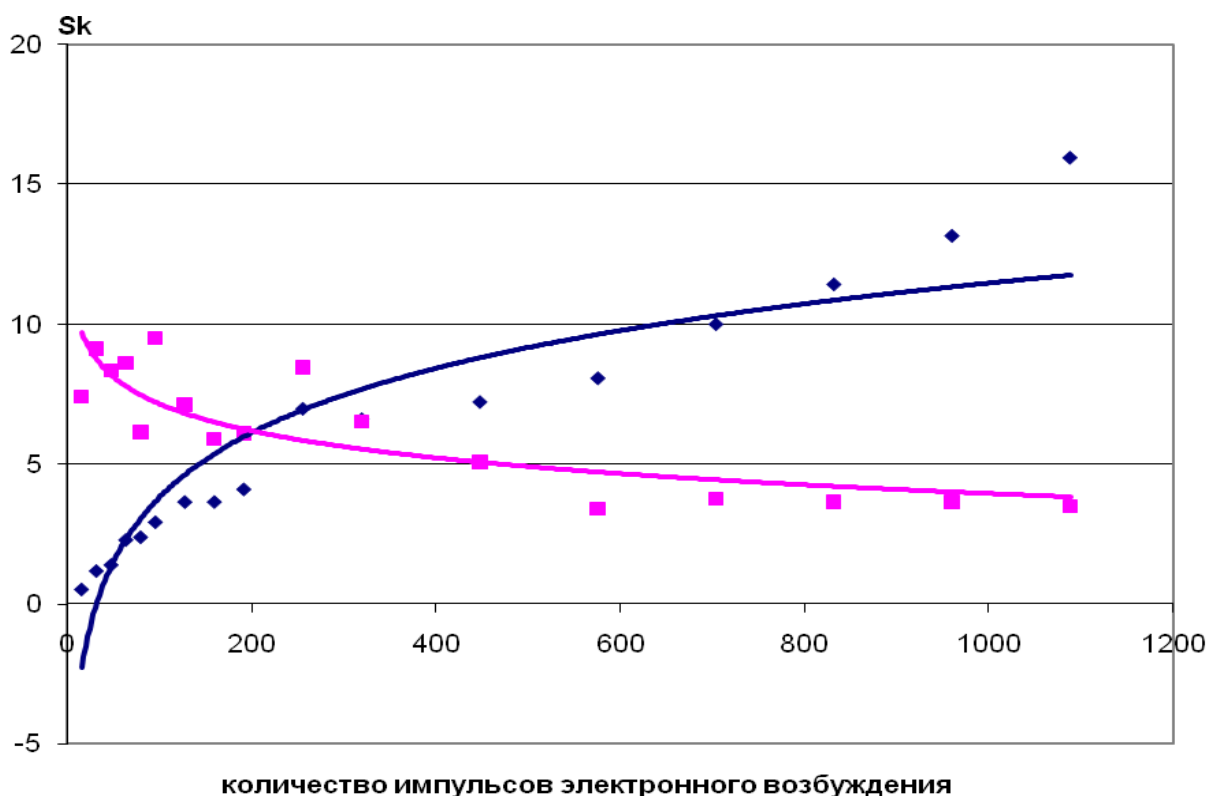


Рис. 59. Дозовая зависимость эталонного световыхода  $S_k^{\text{объем}}$  (эталон) ИКЛ объемных кристаллов NaF

*Пример 1.* Нанокристаллы фторида натрия в виде нанокристаллического покрытия на молибденовой подложке получают методом плазменного распыления с помощью промышленного плазматрона «Плазар» (изготовитель ОАО «Элакс», г.Зеленоград). Пучок плазмы температурой  $\sim 6\,000\,^{\circ}\text{C}$  легко распыляет исходные кристаллы фторида натрия, которые осаждаются на молибденовой подложке. Схема облучения и распыления показаны на рис. 60 [26].



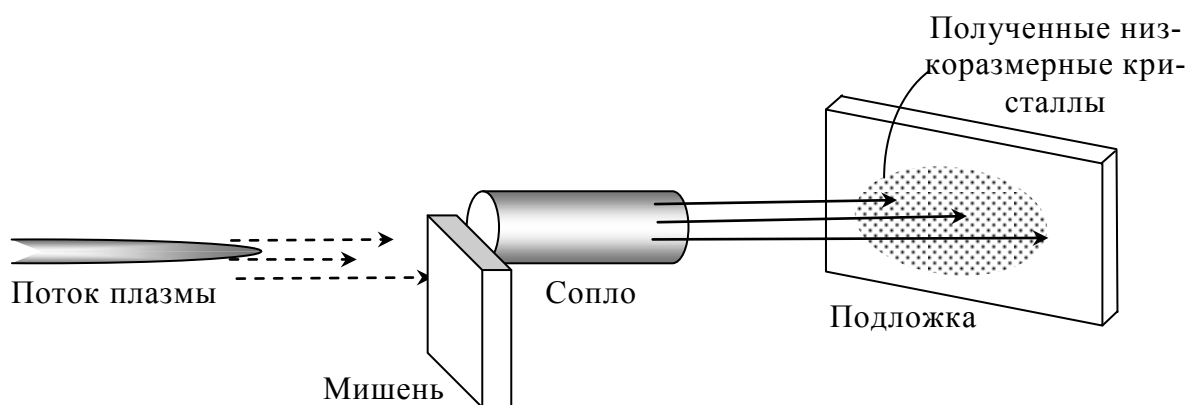


Рис. 60. Схема установки для облучения и распыления материалов для получения наночастиц

Нанокристаллическая фракция кристаллов фторида натрия с мелкими зернами размером до 30 нм, напоминающими «нано-шерсть», приведена на рис. 58. Для этой нанокристаллической фракции кристаллов NaF впервые была исследована дозовая зависимость световыхода  $S_k$  для синей и красно-оранжевой полос ИКЛ, поэтому она использовалась сначала как анализируемый образец (хотя заведомо был известен ее наноразмерный характер), а затем как эталонный. Измерение световыхода ИКЛ-образцов и ее дозовой зависимости  $S_k$  были проведены с использованием установки «КЛАВИ-Р» (разработка Института электрофизики УрО РАН). Ток пучка электронов в импульсе равен 1 000 А, длительность импульса 2 нс. Использовалось возбуждение с 16 или 32 импульсами в пачке. В спектре ИКЛ наблюдаются синяя полоса в диапазоне длин волн 350–520 нм с максимумом при 420–440 нм и длительностью менее 15 нс (короткая компонента) и 12 мс (длинная компонента) и красно-оранжевая полоса в диапазоне длин волн 530–720 нм с максимумом при 600–620 нм и длительностью менее 15 нс (основной вклад дает быстрая компонента, амплитуда медленной (2 мкс) компоненты составляет всего 2 % от амплитуды быстрой). Дозовая зависимость  $S_k$ , (см. рис. 56) измерена для ~900 импульсов возбуждения. Наблюдается уменьшение световыхода  $S_k$  синей полосы ИКЛ (420–440 нм) во всем диапазоне флюенсов электронного облучения и отсутствия возрастания световыхода  $S_k$  красно-оранжевой полосы (580–620 нм) в ограниченном диапазоне флюенсов ( $8 \cdot 10^{13}$ – $1,5 \cdot 10^{15}$  см<sup>-2</sup>). Такое поведение дозовой зависимости световыхода  $S_k$  для синей (420 нм) и для красно-оранжевой

(620 нм) полос ИКЛ указывает на наличие наноразмерной фракции кристаллов NaF в продуктах плазменного распыления.

*Пример 2.* В условиях, описанных в примере 1, проведены измерения дозовой зависимости световыхода  $S_k$  ИКЛ объемных кристаллов NaF в синей (420–440 нм) и красно-оранжевой полосах (580–620 нм). Вид дозовой зависимости  $S_k$  объемных кристаллов NaF приведен на рис. 59. Световыход  $S_k$  для синей полосы ИКЛ объемных кристаллов монотонно уменьшается вплоть до  $\sim 100$  импульсов электронного облучения, однако, в отличие от наноразмерной фракции, для объемных кристаллов NaF наблюдается увеличение световыхода  $S_k$  в красно-оранжевой полосе ИКЛ (580–620 нм), начиная с малых флюенсов облучения вплоть до максимальных:  $8 \cdot 10^{13}$ – $5,5 \cdot 10^{16}$  см<sup>-2</sup> и более.

*Пример 3.* В условиях, описанных в примере 1, проведены измерения дозовой зависимости световыхода ИКЛ  $S_k$ , для продуктов распыления кристаллов NaF на молибденовую подложку, полученных в дополнительном эксперименте при меньшем расстоянии от факела плазмы до образца мишени. Измерения дозовой зависимости проведены для синей и красно-оранжевой полос импульсной катодолюминесценции анализируемого продукта плазменного распыления кристаллов фторида натрия. Наблюдаемые зависимости  $S_k$  для обеих полос ИКЛ  $S_k$  (420–440 нм) и  $S_k$  (580–620 нм) близки к зависимостям  $S_k$ , установленным для эталонной наноразмерной фракции кристаллов фторида натрия (см. рис. 57). Небольшое отличие заключается в том, что для зависимости  $S_k$  (580–620 нм) намечается увеличение световыхода при повышенных флюенсах электронного облучения. Это может указывать на наличие в продуктах плазменного распыления кристаллов NaF не только нанокристаллической фракции, но и фракции из более крупных образований наночастиц. Контрольная проверка этого продукта распыления, проведенная с помощью электронного микроскопа (рис. 61) показала, что в этом анализируемом продукте плазменного распыления кроме наноразмерных частиц имеются их кластерные образования размерами 1–3 мкм, в которых дефекты типа F<sub>2</sub>-центров оказываются более устойчивыми и накапливаются по мере увеличения флюенса облучения, не уходят на поверхность, как в нано-

кристаллах, что и приводит к некоторому увеличению  $S_k$  при флюенсах более  $5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ .

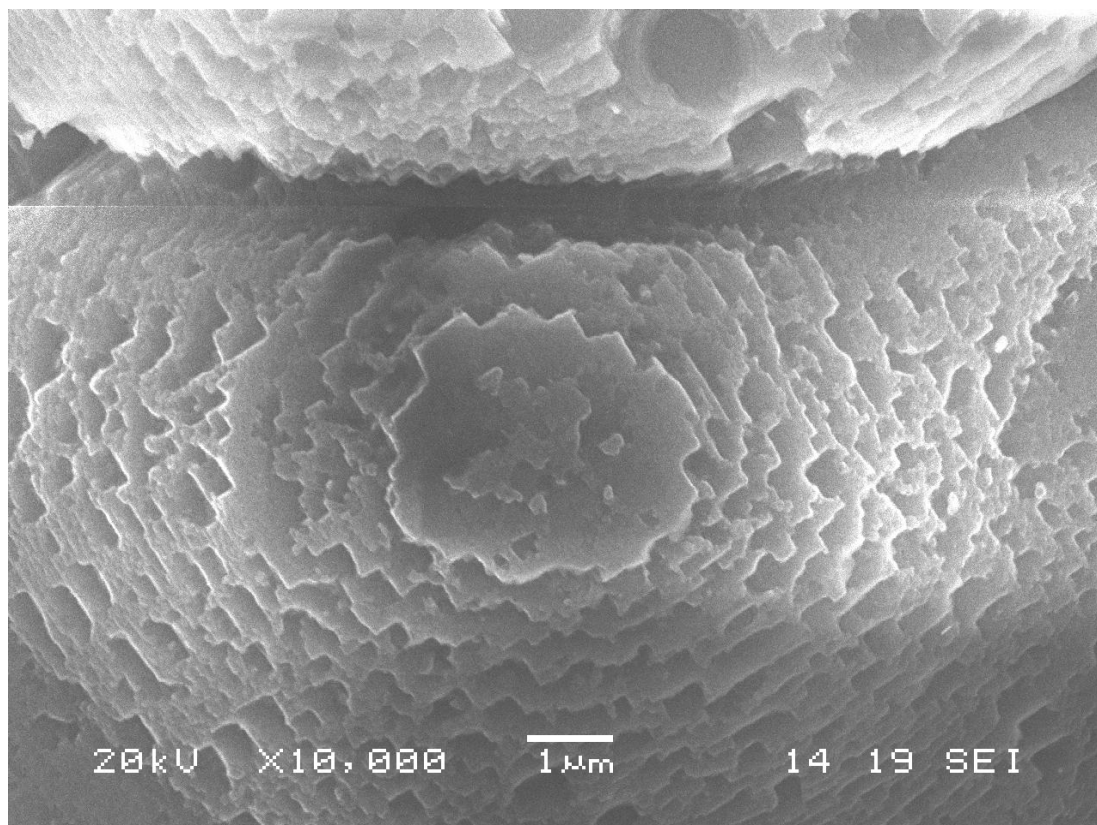


Рис. 61. Изображение продуктов распыления кристалла NaF, полученное с помощью электронного микроскопа

*Пример 4.* В условиях, описанных в примере 1, были проведены измерения дозовой зависимости световыхода  $S_k$  (420–440 нм) и  $S_k$  (580–620 нм) для низкоразмерных продуктов, полученных не методом плазменного распыления, а методом лазерной абляции (лазерного распыления). Вид дозовых зависимостей  $S_k^{\text{доза}}$  (420–440 нм) и  $S_k^{\text{доза}}$  (580–620 нм) оказался близким к зависимостям, зафиксированным для эталонных наноразмерных образцов (см. рис. 56), что подтверждает наличие в этих продуктах наноразмерной фракции кристаллов NaF. Преимуществом предлагаемого способа является его экспрессность. Процедура занимает несколько десятков минут. Кроме того, для осуществления предложенного способа не требуется электронный микроскоп при наличии эталонных образцов.

*Пример 5.* При измерении дозовой зависимости в условиях, отличных от условий примера 1, возбуждение проводили, используя не 16 (32), а один импульс в пачке импульсов электронного

возбуждения. Способ при этом условии терял экспрессность из-за возрастания времени набора флюенса облучения, терял точность обнаружения нанокристаллической фракции в продуктах плазменного распыления кристаллов NaF. Точность снижалась из-за частичной потери количества F<sub>2</sub>-центров (их нестабильной части).

#### *Формула изобретения*

1. Способ обнаружения наноразмерной фракции кристаллов фторида натрия на подложке в продуктах плазменного или лазерного распыления исходного кристалла фторида натрия, осуществляемый с использованием спектров импульсной катодолюминесценции (ИКЛ) фторида натрия, отличается тем, что обнаружение наноразмерной фракции кристаллов фторида натрия проводят путем измерения дозовой зависимости световыхода импульсной катодолюминесценции  $S_k$  анализируемых продуктов плазменного или лазерного распыления на подложке и последующего сравнения полученной дозовой зависимости  $S_k$  с дозовыми зависимостями световыходов импульсной катодолюминесценции для эталонных наноразмерных и объемных кристаллов  $S_k^{\text{нано}}$  (эталон) и  $S_k^{\text{объем}}$  (эталон) соответственно.

2. Способ по п.1 отличается тем, что дозовую зависимость световыхода импульсной катодолюминесценции  $S_k$  определяют для синей ( $\lambda = 420\text{--}440$  нм) и красно-оранжевой ( $\lambda = 580\text{--}660$  нм) полос ИКЛ анализируемых продуктов распыления исходных кристаллов фторида натрия для последующего сравнения с эталонными дозовыми зависимостями световыхода  $S_k^{\text{нано}}$  и  $S_k^{\text{объем}}$ , измеренными для синей и красно-оранжевой полос ИКЛ эталонных наноразмерных и объемных кристаллов NaF.

3. Способ по п.1 отличается тем, что дозовую зависимость световыхода  $S_k$  для анализируемых продуктов распыления кристаллов фторида натрия, а также для эталонных наноразмерных и объемных крупноразмерных кристаллов фторида натрия измеряют после импульсного электронного облучения в пределах флюенса от  $8 \cdot 10^{13}$  до  $5,5 \cdot 10^{15}$  см<sup>-2</sup> и более при токе электронного пучка в импульсе 1 000 А, длительности импульса 2 нс, длительности светосбора 10 мс, при числе импульсов облучения-возбуждения в пачке импульсов 16 или 32 и при общем числе импульсов облучения-возбуждения до 1 000 и более.

## Пат. 2357273 РФ. Способ получения рабочего вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов

А. Н. Черепанов, Б. В. Шульгин, И. И. Мильман, А. В. Кружалов, Ю. Ю. Упорова, А. В. Ищенко, Т. С. Королева, М. М. Кидибаев. Заявл. 11.02.2008; опубл. 27.05.2009. Бюл. №15.

### *Реферат*

Изобретение относится к области дозиметрии нейтронного излучения и может быть пригодно для стационарного контроля плотности потока и флюенсов нейтронов в активной зоне ядерных реакторов, для периодического контроля доз нейтронного облучения реакторных конструкционных материалов, для решения задач радиационного материаловедения, для использования в качестве детекторов сопровождения изделий и предметов медицинского назначения при их стерилизации в ядерном реакторе, а также для высокотемпературных измерений флюенсов нейтронов в сверхглубоких скважинах. Для получения рабочего вещества для ТЛД нейтронов на основе фторида натрия, активированного ураном, готовят исходную шихту в виде смеси ингредиентов, в которую кроме фторида натрия, активированного ураном, дополнительно вводят примеси скандия и меди при следующем соотношении ингредиентов, мол. %: NaF 99,887–99,988,  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,001–0,01,  $\text{ScF}_3$  0,01–0,1,  $\text{CuF}_2$  0,001–0,003, после чего смесь исходных ингредиентов расплавляют и из расплава выращивают рабочее вещество для ТЛД нейтронов в виде кристаллов методом Киропулоса на воздухе. Технический результат – получение рабочего вещества для термолюми-несцентного детектора нейтронов, имеющего основной рабочий пик ТСЛ в высокотемпературной области при 520–525 °С, они устойчивы к флюенсам нейтронов ядерного реактора до  $10^{16}$ – $10^{18}$  см<sup>-2</sup>, запасают под действием нейтронов светосумму и из-за малого фединга способны хранить светосумму в течение нескольких лет.

### *Описание изобретения*

Изобретение относится к области дозиметрии нейтронного излучения и может быть пригодно для стационарного контроля плотности потока и флюенсов нейтронов в активной зоне ядерных реакторов, для периодического контроля доз нейтронного облуче-

ния реакторных конструкционных материалов для решения задач радиационного материаловедения, связанных с контролем доз внутриреакторного облучения испытываемых изделий и материалов, пригодно для использования в качестве детекторов сопровождения изделий и предметов медицинского назначения, подлежащих стерилизации в ядерном реакторе, в качестве датчиков для стационарных и аварийных систем контроля ядерных реакторов атомных электростанций, для высокотемпературных измерений флюенса нейтронов стационарных, транспортных и импульсных ядерных реакторов, а также для высокотемпературных измерений флюенсов нейтронов в сверхглубоких скважинах.

Известно рабочее вещество для термолюминесцентного детектора рентгеновского излучения и электронов на основе кристаллов  $\text{LiF:U,Cu}$ ;  $\text{LiF:U,Sr}$ ;  $\text{NaF:U,Sr}$  и способ его получения [27]. В этих кристаллах, имеющих составы  $\text{LiF:U,Cu}$ ;  $\text{LiF:U,Sr}$ ;  $\text{NaF:U,Sr}$  и выращенных из расплава по способу Киропулоса, после облучения электронами или рентгеновским излучением, наряду с термостимулированной экзоэлектронной эмиссией (ТСЭЭ), наблюдалась при примерно одних и тех же температурах и термостимулированная люминесценция (ТСЛ) с наиболее высокотемпературными пиками при 610 К (337 °С) и 714 К (441 °С) для  $\text{LiF:U,Cu}$ ; при 699 К (426 °С) и 737 К (464 °С) для  $\text{LiF:U,Sr}$ . Для  $\text{NaF:U,Sr}$  наиболее высокотемпературный пик обнаружен при 702 К (429 °С). Однако для известных рабочих веществ для термолюминесцентной дозиметрии с составами  $\text{LiF:U,Cu}$ ;  $\text{LiF:U,Sr}$ ;  $\text{NaF:U,Sr}$  сведения об их возможных термолюминесцентных свойствах после нейтронного облучения отсутствуют. Кроме того, пики ТСЛ для известных рабочих веществ для термолюминесцентных детекторов расположены при недостаточно высоких температурах – не выше 464 °С, так что известные рабочие вещества не пригодны для высокотемпературной дозиметрии ионизирующих излучений.

Известны рабочие вещества для термолюминесцентной дозиметрии электронного излучения на основе кристаллов  $\text{NaF}$ , а именно  $\text{NaF:U}$ ,  $\text{NaF:Sr}$ ,  $\text{NaF:Cu}$ ,  $\text{NaF:Pb}$ ,  $\text{NaF:U}$ ,  $\text{NaF:U,Ti}$  и  $\text{NaF:U,Cr}$ , и способы их получения [28]. Однако для всех получаемых по известным способам вышеперечисленных рабочих веществ, известных только в качестве термолюминесцентных детекторов электронного излучения, пики ТСЛ расположены при темпе-

ратурах, недостаточных для обеспечения высокотемпературных измерений доз излучения. Например, для NaF:U наблюдается 11 пиков ТСЛ, но самый высокотемпературный зафиксирован при 736 К (463 °С). Вышеупомянутые известные рабочие вещества для термолюминесцентных детекторов были выращены из расплава методом Киропулоса в виде кристаллов. Однако о возможности их применения для дозиметрии нейтронов в известном источнике не упоминается, поскольку сведений о чувствительности этих составов к нейтронам не имеется.

Известны спектры поглощения и спектры импульсной катодолюминесценции составов LiF; LiF:Sc; LiF:U; NaF; NaF:Eu; NaF:Sr; NaF:Yb; NaF:0,01%U; NaF:0.1%U; NaF:U,Ti, облученных нейтронами с реактора с флюенсом  $10^{16} \text{ см}^{-2}$  [28]. Однако в известном источнике нет даже упоминания о термолюминесцентных свойствах этих составов после облучения их нейтронами и о возможности использования этих составов в качестве рабочих веществ для термолюминесцентных детекторов.

Известно рабочее вещество для термолюминесцентного детектора нейтронов на основе  ${}^6\text{LiF}$  (с обогащением по изотопу  ${}^6\text{Li}$ ). Это – термолюминесцентный детектор TLD-700 [29]. Однако известный детектор TLD-700 предназначен для регистрации только тепловых нейтронов (ядерная реакция  ${}^6\text{Li}(n,\alpha){}^3\text{H}$ ). Он является почти идеальным детектором тепловых нейтронов для задач персональной дозиметрии. Однако он не применяется для внутриреакторной дозиметрии, поскольку в спектре нейтронов деления доминируют быстрые нейтроны. Известные рабочие вещества TLD-600, 700 не пригодны для высокотемпературной (не менее 350 °С) дозиметрии нейтронов, поскольку их рабочие пики ТСЛ расположены при  $T < 350 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Известны рабочие вещества для термолюминесцентных детекторов тепловых нейтронов на основе фторидных и оксидных систем [30]. Это составы на основе LiF,  ${}^6\text{LiF}$ ,  ${}^7\text{LiF}$ ,  $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Mn}$ ,  $\text{LiF:Mg,Ti}$ ,  $\text{CuSO}_4\text{:Tm}$ ,  $\text{CaF}_2\text{:Mn}$ ,  $\text{CaF}_2\text{:Dy}$ ,  $\text{CaF}_2$  природный,  $\text{BeO}$ ,  $\text{Mg}_2\text{SiO}_4\text{:Tb}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , стекла,  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7\text{:Dy}$  и  $\text{LiF-LiH}$  (по G. B. Patent). Однако известные рабочие вещества для термолюминесцентных детекторов (ТЛД) нейтронов обладают пиками ТСЛ при невысоких температурах – ниже 350 °С, что удобно для персональной дозиметрии. Однако такие детекторы непригодны для высокотемпера-



турных измерений доз флюенсов нейтронов. Они не пригодны для использования в качестве ТЛД детекторов с длительным (годы) сроком хранения дозиметрической информации при повышенных температурах (аварийный режим) хранения детекторов, а также для измерения доз нейтронов в сверхглубоких скважинах при рабочих температурах от 400 °С и выше.

Наиболее близким к заявляемому способу является способ получения рабочего вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов на основе кристаллов NaF:U [31]. Получаемое по известному способу рабочее вещество для термолюминесцентного детектора на основе кристаллов фторида натрия, активированных ураном, имеет состав, мол. %: NaF 99,99 и  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,01, причем уран при синтезе кристаллов вводили в шихту в виде  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$ . Кристаллы NaF:U получают из расплава методом Киропулоса. Из кристаллов выкалывают пластинки  $5 \times 5 \times 1$  мм, которые используют в качестве рабочих веществ для термолюминесцентных детекторов нейтронов.

Однако, кривые термостимулированной люминесценции (ТСЛ) облученных в ядерном реакторе (нейтронами с флюенсом  $10^{16} \text{ см}^{-2}$ ) рабочих веществ NaF:0,01U (мол. %), получаемых по известному способу, имеют рабочие пики ТСЛ при сравнительно невысоких температурах (см. рис. 62): пики ТСЛ зафиксированы при 180–260 °С, при 350–375 °С для NaF:U. Таким образом, рабочие вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов, получаемые по известному способу, не пригодны для высокотемпературных измерений флюенсов нейтронов, а также для хранения или эксплуатации (в условиях сверхглубоких скважин) при температуре более 420–450 °С: вся запасаемая ими светосумма будет при такой температуре высвечена, а информация о флюенсе нейтронов будет полностью утрачена.

Задачей изобретения является разработка способа получения рабочего вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов, обладающего пиками термостимулированной люминесценции при температурах выше 500 °С, устойчивого к высоким флюенсам нейтронов и пригодного для эксплуатации в активной зоне ядерного реактора, для использования в целях дозиметрии нейтронов в радиационных полях с высокой температурой, а также пригодного-

го для длительного хранения при высоких температурах как элемента базы дозиметрических данных.

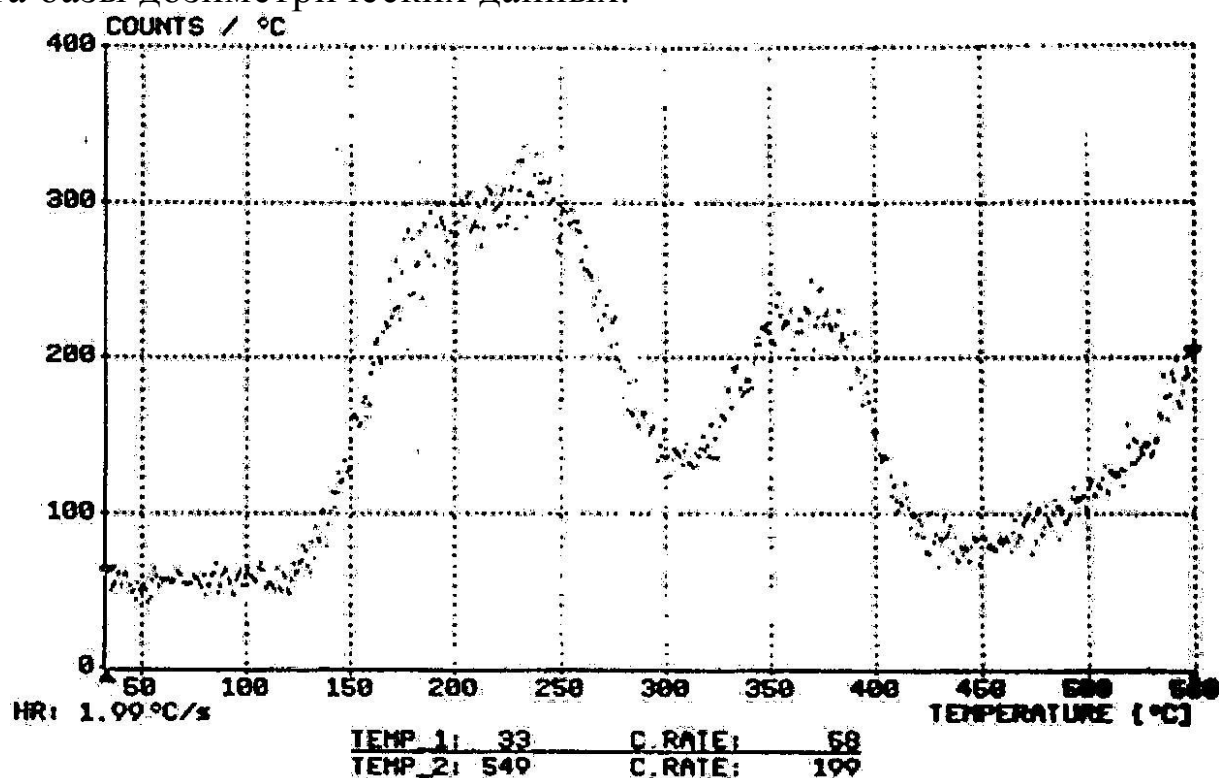


Рис. 62. Кривая термостимулированной люминесценции (ТСЛ) облученных в ядерном реакторе (нейтронами с флюенсом  $10^{16} \text{ см}^{-2}$ ) рабочих веществ NaF:0,01U (мол. %)

Поставленная задача решается за счет того, что для получения рабочего вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов из исходной шихты в виде смеси ингредиентов, содержащей фторид натрия, активированный ураном, в эту исходную шихту дополнительно вводят примеси скандия и меди при следующем соотношении ингредиентов, мол. %: NaF 99,887–99,988;  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,001–0,01;  $\text{ScF}_3$  0,01–0,1;  $\text{CuF}_2$  0,001–0,003.

Суть изобретения заключается в том, что для получения рабочего вещества для ТЛД-нейтронов на основе фторида натрия, активированного ураном, готовят исходную шихту в виде смеси ингредиентов, в которую кроме фторида натрия, активированного ураном, дополнительно вводят примеси скандия и меди при следующем соотношении ингредиентов, мол. %: NaF 99,887–99,988;  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,001–0,01;  $\text{ScF}_3$  0,01–0,1;  $\text{CuF}_2$  0,001–0,003, после чего смесь исходных ингредиентов расплавляют и из расплава выращивают рабочее вещество для ТЛД-нейтронов в виде кристаллов методом Киропулоса на воздухе. Получаемые по предлагаемому спо-

собу рабочие вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов в виде кристаллов (таблеток) чувствительны к быстрым нейтронам спектра деления (нейтронам активной зоны ядерного реактора), устойчивы к флюенсам нейтронов до  $10^{16}$ – $10^{18}$  см<sup>-2</sup>, запасают под действием нейтронов светосумму, могут хранить ее в течение нескольких лет, а при нагревании высвечивают ее (светосумму) в виде термостимулированной люминесценции с основным рабочим высокотемпературным пиком ТСЛ при 520–525 °С (рис.63).

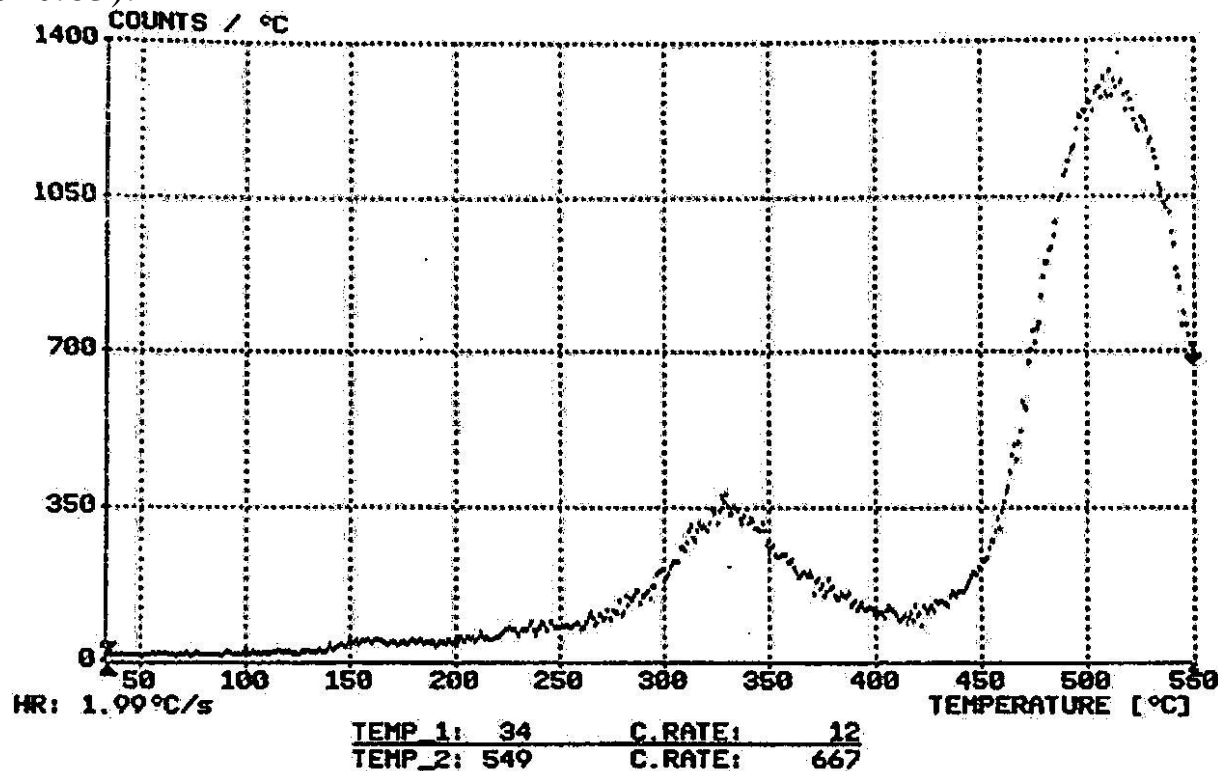


Рис. 63. Кривая ТСЛ заявляемого рабочего вещества

*Пример 1.* Для получения рабочего вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов в шихту на основе фторида натрия, активированного ураном, дополнительно вводят примеси скандия и меди при следующем соотношении ингредиентов, мол. %: NaF 99,988; UO<sub>2</sub>(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 0,001; ScF<sub>3</sub> 0,01; CuF<sub>2</sub> 0,001, затем смесь ингредиентов тщательно перемешивают, расплавляют в платиновом тигле и из нее выращивают рабочее вещество в виде кристаллов методом Киропулоса на воздухе. Полученное рабочее вещество для термолюминесцентного детектора применяют в виде таблеток (диаметр 5 мм, толщина 1 мм). При облучении рабочих веществ быстрыми нейтронами спектра деления (нейтронами ак-

тивной зоны ядерного реактора) до флюенса  $10^{16} \text{ см}^{-2}$  в них запасается светосумма. После хранения рабочего вещества в течение полутора лет при его нагревании была высвечена запасенная при облучении нейтронами светосумма в виде термостимулированной люминесценции с пиками ТСЛ при температурах 160, 330 и 525 °С (см. рис. 63). Основным рабочим пиком ТСЛ рабочего вещества для ТЛД-нейтронов, полученного по предлагаемому способу, является высокотемпературный пик при 525 °С.

*Пример 2.* Для получения рабочего вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов в шихту на основе фторида натрия, активизированного ураном, дополнительно вводят примеси скандия и меди при следующем соотношении ингредиентов, мол. %: NaF 99,887;  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,01;  $\text{ScF}_3$  0,1;  $\text{CuF}_2$  0,003, затем полученную смесь ингредиентов тщательно перемешивают, расплавляют в платиновом тигле и из нее выращивают рабочее вещество в виде кристаллов методом Киропулоса на воздухе. Полученное рабочее вещество для термолюминесцентного детектора применяют в виде таблеток (диаметр 5 мм, толщина 1 мм). При облучении рабочих веществ быстрыми нейтронами спектра деления (нейтронами активной зоны ядерного реактора) с флюенсом  $2 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$  в них запасается светосумма. После хранения рабочего вещества в течение полутора лет при его нагревании была высвечена запасенная при облучении нейтронами светосумма в виде термостимулированной люминесценции с пиками ТСЛ при температурах 330 и 520 °С. Кривые ТСЛ аналогичны кривым, приведенным на рис. 63. Основным рабочим пиком ТСЛ рабочего вещества для ТЛД-нейтронов, полученного по предлагаемому способу, является высокотемпературный пик при 520 °С.

*Пример 3.* Для получения рабочего вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов в шихту на основе фторида натрия, активизированного ураном, дополнительно вводят примеси скандия и меди при следующем соотношении ингредиентов, мол. %: NaF 99,92;  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,008;  $\text{ScF}_3$  0,071;  $\text{CuF}_2$  0,001, затем полученную смесь ингредиентов тщательно перемешивают, расплавляют в платиновом тигле и выращивают рабочее вещество в виде кристаллов методом Киропулоса на воздухе. Полученное рабочее вещество для термолюминесцентного детектора применяют

в виде таблеток (диаметр 5 мм, толщина 1 мм). При облучении рабочих веществ быстрыми нейтронами спектра деления (нейтронами активной зоны ядерного реактора) с флюенсом  $8 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$  в них запасается светосумма. После хранения рабочего вещества в течение полутора лет при его нагревании была высвечена запасенная при облучении нейтронами светосумма в виде термостимулированной люминесценции с более интенсивными, нежели в примере 2, пиками ТСЛ при температурах 170, 235, 330 и 525 °С. Кривые ТСЛ по позициям полос ТСЛ аналогичны кривым, приведенным на рис. 63. Основным рабочим пиком ТСЛ рабочего вещества для ТЛД нейтронов, полученного по предлагаемому способу, является высокотемпературный пик при 520 °С.

*Пример 4.* Для получения рабочего вещества для термолуминесцентного детектора нейтронов в шихту на основе фторида натрия, активизированного ураном, дополнительно вводят примеси скандия и меди при следующем соотношении ингредиентов, мол. %: NaF 99,98;  $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$  0,02, затем полученную смесь ингредиентов тщательно перемешивают, расплавляют в платиновом тигле и выращивают рабочее вещество в виде кристаллов методом Киропулоса на воздухе. Полученное рабочее вещество для термолуминесцентного детектора применяют в виде таблеток (диаметр 5 мм, толщина 1 мм). При облучении рабочих веществ быстрыми нейтронами спектра деления (нейтронами активной зоны ядерного реактора) с флюенсом  $10^{16} \text{ см}^{-2}$  в них запасается светосумма. После хранения рабочего вещества в течение полутора лет при нагревании была высвечена запасенная при облучении нейтронами светосумма в виде термостимулированной люминесценции с пиками ТСЛ при температурах 200, 240 и 360 °С. Высокотемпературный пик ТСЛ отсутствует. Кривые ТСЛ аналогичны кривым, приведенным на рис. 62. Основным рабочим пиком ТСЛ такого рабочего вещества является низкотемпературный пик при 240 °С. Интенсивность термовысвечивания в области основного пика ТСЛ невысокая: она в 3–4 раза ниже, чем для рабочих веществ для ТЛД, получаемых по предлагаемому способу.

Дополнительным преимуществом рабочих веществ для ТЛД, получаемых по предлагаемому способу, является возможность их применения для высокодозных измерений нейтронных, ионных и электронных пучков.

Получаемые по известному способу рабочие вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов, имеющие состав NaF:U, Sc, Cu, обладают высокотемпературным пиком ТСЛ при температуре 520–525 °С. Они устойчивы к флюенсам нейтронов до  $10^{16}$ – $10^{17}$  см<sup>-2</sup> и выше, имеют малый фединг и, следовательно, могут хранить и хранят дозиметрическую информацию в течение ряда лет (проверено для 2,5 лет). Предлагаемые рабочие вещества для ТЛД-нейтронов пригодны для использования в дозиметрических целях в активной зоне ядерного реактора, для эксплуатации при высоких температурах в горячих камерах, хранилищах и складах отработанного ядерного топлива от атомных электростанции, а также для работы в сверхглубоких скважинах при температурах до 300–400 °С.

#### *Формула изобретения*

Способ получения рабочего вещества для термолюминесцентного детектора нейтронов из исходной шихты в виде смеси ингредиентов, содержащей фторид натрия, активированный ураном, отличающийся тем, что в исходную шихту дополнительно вводят примеси скандия и меди при следующем соотношении ингредиентов, мол. %: NaF 99,887–99,988; UO<sub>2</sub>(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 0,001–0,01; ScF<sub>3</sub> 0,01–0,1; CuF<sub>2</sub> 0,001–0,003.

## Пат. 2361239 РФ. Способ получения волоконных сцинтилляторов

Л. В. Жукова, А. Н. Черепанов, Н. В. Примеров, А. С. Корсаков, Б. В. Шульгин, А. И. Чазов, В. В. Жуков. Заявл. 07.04.2008; опубл. 10.07.2009. Бюл. №19.

### *Реферат*

Изобретение относится к сцинтилляционным материалам, конкретно к волоконным сцинтилляторам, предназначенным для измерения ионизирующих излучений. Способ получения волоконных сцинтилляторов, включающий разогрев материала сцинтиллятора с последующим формированием структуры волокна, характеризуется тем, что разогрев материала сцинтиллятора осуществляют при температуре 170–180 °С, давлении 120–140 кг/см<sup>2</sup>, при этом формирование волокна проводят методом экструзии со скоростью 1,5–2,0 м/ч, а в качестве материала сцинтиллятора используют галогениды металлов при соотношении ингредиентов, мас. %:

хлорид серебра.....	18,0 – 20,0
бромид серебра.....	79,4 – 80,5
иодид серебра.....	0,1 – 0,5
иодид одновалентного таллия.....	0,5 – 1,0

Технический результат – получение методом экструзии из кристаллов на основе твердых растворов галогенидов серебра, легированных ТП, гибких и длинных волоконных сцинтилляторов, обладающих максимумом спектра свечения на длине волны 550 нм.

### *Описание изобретения*

Изобретение относится к сцинтилляционным материалам, конкретно к волоконным сцинтилляторам, предназначенным для измерения ионизирующих излучений. Гибкие и длинные сцинтилляционные волоконно-оптические кабели необходимы для использования в комплексах и системах радиационного мониторинга в целях обнаружения делящихся материалов и радиоактивных веществ в недоступных для обычных детекторов каналах, щелях, лабиринтах, трубах и т. д., а также для регистрации нейтрино при глубоководных измерениях.

Известен способ микровытягивания из расплава люминесцентных (сцинтилляционных) кристалловолокон на основе LiF или NaF, активированных ураном (U), либо скандием (Sc), либо стронцием (Sr) в количестве 0,1 мол. % [32]. Способ включает разогрев шихты в тигле до температуры плавления с последующим пропуском расплава сквозь капилляр, затем следует кристаллизация затравки на игле и ее передвижение вдоль оси капилляра тигля со скоростью от 0,1 до 0,86 мм/мин. Недостатки способа и получаемых им волокон: небольшие скорость роста волокна и длина (несколько сантиметров). Волокна имеют непостоянный диаметр по длине, что приводит к потерям сцинтилляционного излучения, и их невозможно изогнуть.

Наиболее близким техническим решением является способ получения кристаллических волоконных сцинтилляторов методом лазерного разогрева на основе NaF:Cu и NaF:U, Cu. Такой способ включает локальный разогрев лазерным лучом монокристаллического либо поликристаллического стержня при одновременном растягивающем воздействии на него с оптимальной скоростью движения заготовки и волокна, что обеспечивает формирование структуры волокна. Но и этим методом полученные волоконные сцинтилляторы имеют форму, только близкую к цилиндрической, при этом волокна вытягивают короткими (до 5 см) с малой скоростью роста  $\approx 0,8$  мм/мин. Они не подлежат изгибу, так как ломаются. Кроме того, способ лазерного разогрева является непроизводительным и энергозатратным.

Задачей изобретения является разработка производительного и энергосберегающего способа получения гибких и длинных нанокристаллических волоконных сцинтилляторов, обладающих максимумом спектра свечения на длине волны 550 нм и имеющих цилиндрическую форму по всей длине волокна.

Поставленная задача решается за счет того, что разогрев материала сцинтиллятора осуществляют при температуре 170–180 °С, давлении 120–140 кг/см<sup>2</sup>, при этом формирование волокна проводят методом экструзии со скоростью 1,5–2,0 м/ч, а в качестве материала сцинтиллятора используют галогениды металлов при следующем соотношении ингредиентов, мас. %:

хлорид серебра.....	18,0–20,0
бромид серебра.....	79,4–80,5



иодид серебра.....	0,1–0,5
иодид одновалентного таллия....	0,5–1,0

Новые волоконные сцинтилляторы получают из сцинтилляционных кристаллов на основе твердых растворов галогенидов серебра, легированных иодидом одновалентного таллия. Содержание в кристаллах TlI и AgI обеспечивает сцинтилляционные свойства волокон. Они пластичны и не обладают эффектом спайности, в отличие от указанных в прототипе кристаллов NaF и LiF. Поэтому из них получают методом экструзии, т.е. выдавливанием монокристаллической заготовки через фильеру, длинные (до 50 м и более) и гибкие волоконные сцинтилляторы, имеющие строго цилиндрическую форму по всей длине волокна, что обеспечивает прохождение сцинтилляционного излучения по волокну практически без потерь. Подобные волокна невозможно получить из известных сцинтилляционных кристаллов LiF, NaF, CsI и др., в т. ч. из оксидных сцинтилляторов. Новые волокна допускают многократный изгиб радиусом до 5 мм без изменения оптических свойств, что объясняется их нанокристаллической структурой. Кроме того, способ экструзии, по сравнению с методами микровытягивания и лазерного разогрева, является энергосберегающим и производительным, так как скорость получения волокна 1,5–2,0 м/ч, а в прототипе около 0,04 м/ч. Для данного состава сцинтилляционных волокон режимы экструзии (температура, давление, скорость) взаимосвязаны и обеспечивают получение нанокристаллической структуры волокна. Если экструдировать волокно при температуре ниже 170 °С, то следует применять давление выше 140 кг/см<sup>2</sup> вследствие повышенной вязкости материала. При этом скорость экструзии становится менее 1,5 м/ч, а получаемое волокно является хрупким, так как имеет микrokристаллическую структуру. Если происходит разогрев выше 180 °С и давление становится ниже 120 кг/м<sup>2</sup>, то скорость экструзии становится более 2 м/ч. При таких режимах также ухудшаются механические свойства волокна: оно становится хрупким.

*Пример 1.* Монокристаллическая заготовка диаметром 10 мм высотой 30 мм и составом, мас. %:

хлорид серебра.....	18,0
бромид серебра.....	80,5
иодид серебра.....	0,5
иодид одновалентного таллия...	1,0

Ее поместили в контейнер, разогрели до 170 °С и при давлении 140 кг/см<sup>2</sup> провели экструзию волокна со скоростью 1,5 м/ч. Получили 12 м гибкого сцинтилляционного волокна диаметром 0,5 мм по всей длине. В волокне наблюдается полоса люминесценции с максимумом на длине волны 550 нм. Волокно имеет нанокристаллическую структуру с размером зерна до 90 нм, что обуславливает пластичность и прочность волокна.

*Пример 2.* Методом экструзии получили 12 м гибкого сцинтилляционного волокна диаметром 0,5 мм по всей длине при следующих режимах: температура разогрева монокристаллической заготовки 180 °С, давление 120 кг/см<sup>2</sup>, скорость экструзии 2,0 м/ч.

Состав волоконного сцинтиллятора, мас. %:

хлорид серебра.....	20,0
бромид серебра.....	79,4
иодид серебра.....	0,1
иодид одновалентного таллия...	0,5

Структура волокна нанокристаллическая с размером зерна 30–60 нм. Максимум спектра свечения наблюдается при  $\lambda=550$  нм.

*Пример 3.* При температуре 175 °С и давлении 130 кг/см<sup>2</sup> получили гибкое волокно диаметром 0,5 мм и длиной 12 м, при скорости выдавливания через фильеру 1,7 м/ч. Форма волокна цилиндрическая. Состав волоконного сцинтиллятора, мас. %:

хлорид серебра.....	19,0
бромид серебра.....	80,0
иодид серебра.....	0,3
иодид одновалентного таллия...	0,7

Волокно данного состава обладает нанокристаллической структурой с размером зерна до 80 нм. Полоса люминесценции имеет максимум на длине волны  $\lambda = 550$  нм.

*Пример 4.* При режимах, указанных в примере 2, вытянули методом экструзии волоконный сцинтиллятор, имеющий состав, мас. %:

хлорид серебра.....	19,00
бромид серебра.....	80,65
иодид серебра.....	0,05
иодид одновалентного таллия...	0,30

Полоса люминесценции выражена слабо.

*Пример 5.* При режимах, указанных в примере 1, вытянули методом экструзии волоконный сцинтиллятор, имеющий состав, мас. %:

хлорид серебра.....	20,0
бромид серебра.....	77,5
иодид серебра.....	1,0
иодид одновалентного таллия...	1,5

При таком составе максимум спектра люминесценции смещается в более длинноволновую область спектра.

Технический результат позволяет получать методом экструзии из кристаллов на основе твердых растворов галогенидов серебра, легированных ТП, гибкие и длинные волоконные сцинтилляторы, обладающие максимумом спектра свечения на длине волны 550 нм, которые востребованы для изготовления сцинтилляционных волоконно-оптических систем радиационного мониторинга и для других применений.

#### *Формула изобретения*

Способ получения волоконных сцинтилляторов, включающий разогрев материала сцинтиллятора с последующим формированием структуры волокна, отличается тем, что разогрев материала сцинтиллятора осуществляют при температуре 170–180 °С, давлении 120–140 кг/см<sup>2</sup>, при этом формирование волокна проводят методом экструзии со скоростью 1,5–2,0 м/ч, а в качестве материала сцинтиллятора используют галогениды металлов при следующем соотношении ингредиентов, мас. %:

хлорид серебра.....	18,0–20,0
бромид серебра.....	79,4–80,5
иодид серебра.....	0,1–0,5
иодид одновалентного таллия...	0,5–1,0

## Пат. 2400774 РФ. Фотоприемное устройство

Ю. Н. Новоселов, А. Н. Черепанов, С. О. Чолах,  
Б. В. Шульгин. Патентообладатель ФИАН. Заявл. 12.08.2009;  
опубл. 27.09.2010. Бюл. №27.

### *Реферат*

Изобретение относится к фотоприемным устройствам для черенковских РИЧ-детекторов (RICH-Ring Imaging Cherenkov), регистрирующих кольцевое черенковское излучение, и может быть использовано в экспериментах в области физики элементарных частиц высоких энергий (ионов, каонов и протонов) для определения их зарядов и скоростей в широком диапазоне их импульсов и для их идентификации. Технический результат – детектирование кольцевого черенковского излучения в сильных магнитных полях, повышение пространственного разрешения. Фотоприемное устройство для детектирования кольцевого черенковского излучения, включающее блок фотоэлектронных умножителей ФЭУ и блок обработки информации, дополнительно содержит на своем входе блок волоконных световодов, располагаемых до блока ФЭУ в плоскости регистрации черенковского излучения в виде полуколец, концы которых для каждого полукольца волоконного световода выведены из мишенной зоны ускорителя за пределы действия сильных магнитных полей и сочетаются через оптический контакт с блоком фотоэлектронных умножителей, сигналы с которых поступают на блок обработки информации. Блок обработки информации с помощью схемы пространственной селекции позволяет определить радиус кольца черенковского излучения и в конечном счете обеспечивает идентификацию элементарных частиц, определение их зарядов и скоростей.

### *Описание изобретения*

Изобретение относится к фотоприемным устройствам для черенковских РИЧ-детекторов (RICH-Ring Imaging Cherenkov), регистрирующих кольцевое черенковское излучение, и может быть использовано в экспериментах в области физики элементарных частиц высоких энергий (ионов, каонов и протонов) для определения их зарядов и скоростей в широком диапазоне их импульсов для их идентификации.

В большинстве РИЧ-детекторов регистрацию фотонов осуществляют с помощью фотоприемных устройств на основе многопроволочных пропорциональных камер, обеспечивающих наибольшую площадь фотоприемников и способных работать в довольно сильных магнитных полях. Однако применение многопроволочных пропорциональных камер связано с целым рядом трудностей. По этой причине все большее применение в фотоприемных устройствах для РИЧ-детекторов находят фотоэлектронные умножители (ФЭУ) [33].

Известно фотоприемное устройство для черенковского РИЧ-детектора, включающее в себя ФЭУ [34]. Однако, несмотря на то что в известном фотоприемнике использован многоканальный ФЭУ типа R 5900-M 16, отношение фоточувствительной площади ко всей площади, перекрываемой фотоприемником невелико и составляет всего 36 %. При использовании многоканального ФЭУ панельного типа, 64-анодного Hamamatsu H 8500 ( $S = 5 \times 5$  см), отношение фоточувствительной площади ко всей площади, перекрываемой фотоприемником, хотя и возрастает до 84 %, однако остается недостаточно высоким. Основным недостатком фотоприемников для черенковских детекторов, использующих ФЭУ, является то, что они не могут работать в сильном магнитном поле (1,4 Тл).

Известно применение в черенковском РИЧ-детекторе в качестве фотоприемного устройства матрицы из ФЭУ [35]. Недостатком такого фотоприемника является невысокое отношение фоточувствительной площади ко всей площади, перекрываемой фотоприемником, а также невозможность его работы в сильных магнитных полях.

Известно фотоприемное устройство для черенковского РИЧ-детектора, представляющего собой матрицу из ФЭУ площадью  $1 \text{ м}^2$ , собранной из более чем 1100 ФЭУ (матрица из  $33 \times 32 = 1056$  штук ФЭУ) с диаметром фотокатода 25 мм и внешним диаметром 32 мм. Входные окна ФЭУ изготовлены из стекол, которые поглощают значительную долю УФ-света, пропуская свет лишь в диапазоне 300–600 нм, что приводит к уменьшению числа фотонов, регистрируемых РИЧ-детектором [36, 37]. Кроме того, для известного фотоприемника в виде матрицы из ФЭУ отношение фоточувствительной площади ко всей площади, перекрываемой фотоприемником, не превышает 65–70 %. Дополнительным недостатком

известного фотоприемника является то, что он не может работать в сильных магнитных полях, нарушающих функционирование ФЭУ.

Наиболее близким к заявленному фотоприемному устройству для черенковского детектора является известное фотоприемное устройство, применяемое для сбора информации в лабораториях ускорительной техники, содержащие кроме блока фотоэлектронных умножителей и блока обработки информации сцинтилляционные волокна, включенные в свинцовую матрицу [38, 39]. В этом случае считывание информации сильно упрощается, так как волокна могут быть сильно изогнуты без потерь света и обеспечивать высокое пространственное разрешение. Однако такое фотоприемное устройство, пригодное для регистрации проникающего излучения, непригодно для эффективного детектирования черенковского светового излучения. Кроме того, оно излишне усложнено и дорого, поскольку в нем используются не простые дешевые волоконные световоды, а сцинтилляционные волокна, да еще включенные в свинцовую матрицу, непрозрачную для черенковского светового излучения.

Задачей настоящего изобретения является создание фотоприемного устройства для детектирования кольцевого черенковского излучения, пригодного для работы в магнитных полях и обладающего высоким пространственным разрешением.

Заявляемое устройство (рис. 64) содержит в качестве главного сенсора блок волоконных световодов, а также блок фотоэлектронных умножителей и блок обработки информации. Блок волоконных световодов состоит из десятков-сотен стекловолокон (или кристалловолокон), закрепленных на близком расстоянии друг относительно друга или прижатых друг к другу на площади в несколько сотен-тысяч квадратных сантиметров, причем концы каждого из волокон выведены за пределы и мишенной камеры, и за пределы магнитного поля ускорителя, в конечном счете оба конца световода оказываются подключенными к одному и тому же ФЭУ из блока фотоэлектронных умножителей. Блок электронной обработки информации содержит схему пространственной селекции для определения радиуса кольца черенковского излучения.

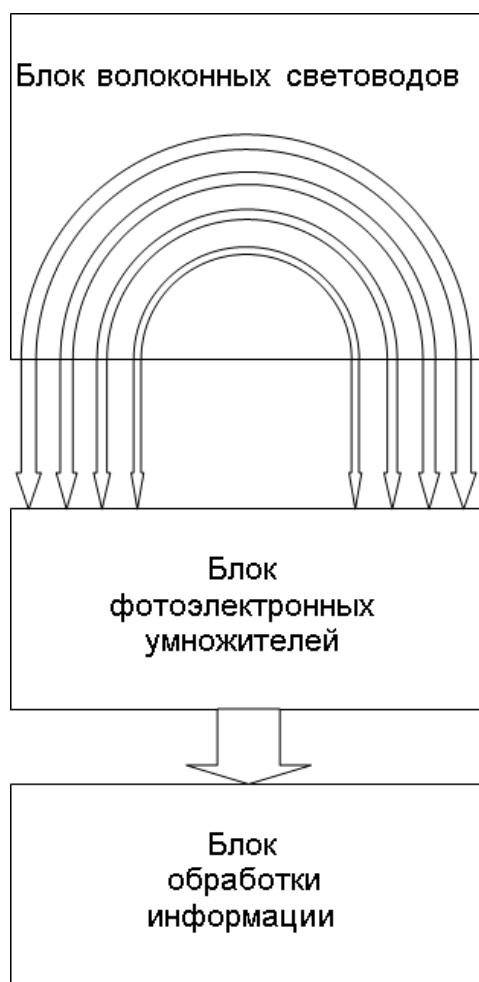


Рис. 64. Фотоприемное устройство

Сущность изобретения заключается в том, что фотоприемное устройство для детектирования кольцевого черенковского излучения, включающее блок фотоэлектронных умножителей ФЭУ и блок обработки информации, дополнительно содержит на своем входе блок волоконных световодов, располагаемых до блока ФЭУ в плоскости регистрации черенковского излучения в виде полуколец, концы которых для каждого полукольца волоконного световода выведены из мишенной зоны ускорителя за пределы действия сильных магнитных полей и сочтаются через оптический контакт с блоком фотоэлектронных умножителей, сигналы с которых поступают на блок обработки информации.

Устройство работает следующим образом. Кольцевое черенковское излучение регистрируется блоком волоконных световодов, состоящим из расположенных близко друг к другу оптоволокон диаметром 0,2–1 мм (в зависимости от требуемого пространственного разрешения), изогнутых в форме полуколец и занимающих

площадь, необходимую для захвата полукольца черенковского излучения. Волоконные световоды, сформированные за пределами мишенного пространства в виде достаточно длинного оптоволоконного кабеля, передают оптические сигналы, сформированные черенковским излучением, на блок фотоэлектронных умножителей, состоящих из обычных или многоканальных ФЭУ. С блока ФЭУ сигналы поступают на блок обработки информации, который с помощью схемы пространственной селекции позволяет определить радиус кольца черенковского излучения и в конечном счете обеспечивает идентификацию элементарных частиц, определение их зарядов и скоростей.

#### *Формула изобретения*

Фотоприемное устройство для детектирования кольцевого черенковского излучения, содержащее блок фотоэлектронных умножителей ФЭУ и блок обработки информации. Оно отличается тем, что дополнительно содержит блок волоконных световодов, располагаемых до блока ФЭУ в плоскости регистрации черенковского излучения в виде полуколец. Причем оба конца каждого волоконного световода, выведенные из мишенной зоны ускорителя, через оптический контакт сочетаются с блоком фотоэлектронных умножителей, сигналы с которых поступают на блок обработки информации.



**Пат. 2411280 РФ. Способ получения двуслойного волоконного сцинтиллятора**

Л. В. Жукова, Б. В. Шульгин, А. С. Корсаков, В. В. Жуков. Заявл. 08.04.2008, опубл. 10.02.2011. Бюл. № 4.

*Реферат*

Изобретение относится к сцинтилляционным материалам, конкретно к двуслойным волоконным сцинтилляторам, предназначенным для регистрации тепловых нейтронов и пригодным для создания на их основе сцинтилляционных волоконных детекторов для радиационного экологического мониторинга территории, контроля космического и техногенного нейтронного фона, для создания комплексов технического контроля за ядерным топливом и изделиями из делящихся материалов, а также для создания антитеррористических комплексов радиационного контроля. Способ получения двуслойного волоконного сцинтиллятора включает разогрев материала сердцевины и оболочки при температуре 180–190 °С, давлении 150–180 кг/см<sup>2</sup> с последующим формированием двуслойной структуры волокна методом экструзии со скоростью 1,0–1,5 м/ч, причем материал сердцевины сцинтиллятора содержит ингредиенты, мас. %:

хлорид серебра.....	5,0–10,0
бромид серебра.....	87,5–85,0
иодид серебра.....	0,5–1,0
иодид одновалентного таллия...	7,0–4,0

а материал оболочки сцинтиллятора содержит ингредиенты, мас. %:

хлорид серебра.....	18,0–20,0
бромид серебра.....	80,5–79,4
иодид серебра.....	0,1–0,5
иодид одновалентного таллия...	0,5–1,0

Изобретение позволяет получить новое поколение гибких длинных двуслойных волоконных сцинтилляторов с максимумом спектра свечения 600–800 нм. Структура двуслойного волокна обеспечивает передачу сцинтилляционного излучения практически без потерь за счет эффекта полного внутреннего отражения излу-

чения в сердцевину волокна на границе раздела сердцевина-оболочка.

### *Описание изобретения*

Изобретение относится к сцинтилляционным материалам, конкретно к двуслойным волоконным сцинтилляторам, предназначенным для регистрации тепловых нейтронов и пригодным для создания на их основе сцинтилляционных волоконных детекторов для радиационного экологического мониторинга территории, контроля космического и техногенного нейтронного фона, для создания комплексов технического контроля за ядерным топливом и изделиями из делящихся материалов, а также для создания антитеррористических комплексов радиационного контроля.

Известны методы получения монокристаллических волокон путем вытягивания из расплава: метод капиллярного формообразования, метод лазерной плавки, метод вытягивания вниз, метод подачи расплава под давлением, метод вытяжки в стеклянной оболочке (Кацуяма Т., Мацумура Х. Инфракрасные волоконные световоды. М.: Мир, 1992. С. 186–195). Материалом для волокон служат галогенидные и оксидные кристаллы ( $\text{AgBr}$ ,  $\text{KCl}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{Cr})$ ,  $\text{CsBr}$ ,  $\text{CsI}$ , КРС-5). Но этими методами получают короткие, длиной несколько сантиметров волокна с различным диаметром по длине волокна, что приводит к потере сцинтилляционного излучения, а вследствие монокристаллической структуры они не подлежат изгибу. Кроме того, этими методами трудно получить двуслойное волокно.

Наиболее близким техническим решением является модифицированный метод микровытягивания вниз из расплава с использованием двойного тигля. Этим методом получают сердцевино-оболочечные, т. е. двуслойные, монокристаллические волокна. Верхний тигель с капилляром обеспечивает разогрев материала сердцевины до температуры плавления растущего волокна, а нижний тигель служит для формирования оболочки данного волокна (Fukuda T., Rudolph P., Uda S. (Eds) «Fiber Crystal Growth from the Melt» Springer-Verlag, 2003. P. 267–280). Скорость вытягивания двуслойного волоконного сцинтиллятора 0,5–1,0 мм/мин (0,03–0,06 м/ч). Материалом сердцевины служит  $\text{Y}_2\text{Al}_5\text{O}_{12}$ , а оболочки –  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , либо сердцевина состоит из  $\text{LiNbO}_3$ , легированного марганцем (Mn), а оболочка выполнена из  $\text{LiNbO}_3$ . В волокнах наблюда-

ется полоса люминесценции с максимумом спектра свечения на длине волны  $\sim 440$  нм. Методу присущи те же недостатки, а именно получаемые двуслойные монокристаллические волоконные сцинтилляторы длиной несколько сантиметров, нельзя изогнуть, так как они ломаются и имеют непостоянный диаметр, что приводит к потерям сцинтилляционного излучения. Кроме того, метод непроизводительный, так как скорость вытягивания волокна 0,03–0,06 м/ч, трудно воспроизводим и требует значительных энергозатрат.

Задачей изобретения является разработка производительного, хорошо воспроизводимого энергосберегающего способа получения гибких длинных двуслойных волоконных сцинтилляторов с максимумом спектра свечения на длинах волн 600–800 нм и геометрически правильной круглой сердцевинной и оболочкой.

Поставленная задача решается за счет того, что разогрев материала сердцевинной и оболочки сцинтиллятора осуществляют при температуре 180–190 °С, давлении 150–180 кг/см<sup>2</sup>, а формирование структуры волокна методом экструзии ведут со скоростью 1,0–1,5 м/ч, причем материал сердцевинной сцинтиллятора содержит ингредиенты, мас. %:

хлорид серебра.....	5,0–10,0
бромид серебра.....	87,5–85,0
иодид серебра.....	0,5–1,0
иодид одновалентного таллия...	7,0–4,0

а материал оболочки сцинтиллятора содержит ингредиенты, мас. %:

хлорид серебра.....	18,0–20,0
бромид серебра.....	80,5 –79,4
иодид серебра.....	0,1–0,5
иодид одновалентного таллия...	0,5–1,0

Сцинтилляционные кристаллы  $\text{AgCl}_x\text{Br}_y\text{I}_{1-x-y}(\text{TII})$  пластичны и не обладают эффектом спайности, поэтому из них получают методом экструзии волокна, т. е. выдавливанием волокон из монокристаллических заготовок через фильеру. Их длина до 50 м и более. Они гибкие – радиус изгиба до 5 мм. Двуслойные волоконные сцинтилляторы обладают геометрически правильной круглой сердцевинной и оболочкой по всей длине, что невозможно осуществить из указанных в прототипе оксидных сцинтилляторов.

Плотность сердцевины двуслойного волоконного сцинтиллятора больше, чем в оболочке, из-за содержания ТII (4,0–7,0 мас.%). Поэтому сцинтилляционное излучение преломляется на границе раздела сердцевина-оболочка и распространяется по сердцевине практически без потерь. Кроме того, указанное содержание TII в волокне обеспечивает наличие полосы люминесценции с максимумом свечения на длинах волн 600–800 нм.

Режимы экструзии – температура разогрева заготовок, давление и скорость процесса взаимосвязаны и подобраны экспериментальным путем для данного состава двуслойного волоконного сцинтиллятора. Если понижать температуру ниже 180 °С, то, чтобы осуществить процесс экструзии, необходимо повысить давление более 180 кг/см<sup>2</sup>, при этом скорость становится менее 1 м/ч. В случае увеличения температуры более 190 °С давление процесса становится менее 15 кг/см<sup>2</sup> при скорости более 1,5 м/ч. При таких режимах получения двуслойного волоконного сцинтиллятора граница между сердцевиной и оболочкой становится размытой, что приводит к потере сцинтилляционного излучения.

*Пример 1.* Для сердцевины волокна подготовили монокристаллическую заготовку диаметром 3 мм, высотой 30мм и составом, мас.%:

хлорид серебра.....	5,0
бромид серебра.....	87,5
иодид серебра.....	0,5
иодид одновалентного таллия...	7,0

которую вставили по центру в цилиндрическое отверстие монокристаллической заготовки для оболочки диаметром 10 мм, высотой 30 мм и составили, мас.%:

хлорид серебра.....	18,0
бромид серебра.....	80,5
иодид серебра.....	0,5
иодид одновалентного таллия...	1,0

Заготовки поместили в контейнер, разогрели до 180 °С и под давлением 180 кг/см<sup>2</sup> выдавили 6 м двуслойного волоконного сцинтиллятора при скорости экструзии 1,0 м/ч. Диаметры сердцевины волокна размером 210 мкм и оболочки 700 мкм имеют строго цилиндрическую форму по всей длине волоконного сцинтиллятора,

в котором наблюдается полоса люминесценции с максимумом спектра свечения 600–800 нм.

*Пример 2.* Эксперимент провели, как в примере 1, но сердцевина и оболочка волоконного сцинтиллятора имели состав, мас. %:

	серд- цевина	оболочка
хлорид серебра.....	10,0	20,0
бромид серебра.....	85,0	79,4
иодид серебра.....	1,0	0,1
иодид одновалентного таллия....	4,0	0,5

Режимы экструзии следующие: температура разогрева заготовок составляла 190 °С, давление 150 кг/см<sup>2</sup> при скорости выдавливания волокна через фильеру 1,5 м/ч.

Волоконный сцинтиллятор имеет четкую круглую сердцевину и оболочку по всей длине, а максимум спектра свечения наблюдается в спектральном диапазоне 600–800 нм.

*Пример 3.* Методом экструзии получили 6 м двухслойного волоконного сцинтиллятора со скоростью 1,3 м/ч при температуре разогрева монокристаллических заготовок 185 °С, давлении 170 кг/см<sup>2</sup>. При этом состав сердцевины и оболочки содержит ингредиенты, мас. %:

	сердцевина	оболочка
хлорид серебра.....	8,0	19,0
бромид серебра.....	86,0	80,0
иодид серебра.....	0,7	0,3
иодид одновалентного таллия....	5,3	0,7

Волокно имеет свойство, как в примере 1. При выращивании монокристаллов, содержащих иодида одновалентного таллия более 7,0 мас. %, кристаллы вырастают блочными и не пригодны для изготовления волоконного сцинтиллятора. В случае содержания в сердцевине волоконного сцинтиллятора иодида одновалентного таллия менее 4,0 мас. %, происходит преломление сцинтилляционного излучения в оболочку из-за маленькой разности в показателях преломления сердцевина-оболочка, а следовательно, и потеря излучения.

Технический результат позволяет получать новое поколение гибких длинных двуслойных волоконных сцинтилляторов с максимумом спектра свечения 600–800 нм. Структура двуслойного во-

локна обеспечивает передачу сцинтилляционного излучения практически без потерь за счет эффекта полного внутреннего отражения излучения в сердцевину волокна на границе раздела сердцевины-оболочка. Новые двуслойные волоконные сцинтилляторы востребованы для изготовления систем и комплексов для обнаружения радиационного излучения.

#### *Формула изобретения*

Способ получения двуслойного волоконного сцинтиллятора, включающего разогрев материала сердцевины и оболочки с последующим формированием двуслойной структуры волокна, отличается тем, что разогрев материала сердцевины и оболочки сцинтиллятора осуществляют при температуре 180–190 °С, давлении 150–180 кг/см<sup>2</sup>, а формирование структуры волокна методом экструзии ведут со скоростью 1,0–1,5 м/ч, причем материал сердцевины сцинтиллятора содержит следующие ингредиенты, мас. %:

хлорид серебра.....	5,0–10,0
бромид серебра.....	87,5–85,0
иодид серебра.....	0,5–1,0
иодид одновалентного таллия...	7,0–4,0

Материал оболочки сцинтиллятора содержит ингредиенты, мас. %:

хлорид серебра.....	18,0–20,0
бромид серебра.....	80,5– 79,4
иодид серебра.....	0,1–0,5
иодид одновалентного таллия...	0,5–1,0

**Пат. 2423333 РФ. Способ обработки наноразмерных материалов на основе оксида алюминия**

Э. З. Курмаев, Н. В. Гаврилов, Б. В. Шульгин, Д. А. Зацепин, А. И. Кухаренко, С. О. Чолах. Заявл. 18.05.2009, опубл. 10.07.2011. Бюл. №19.

*Реферат*

Способ обработки наноразмерных материалов на основе оксида алюминия, включающий импульсное воздействие на материалы пучка ионов  $\text{Fe}^+$ , отличается тем, что воздействие осуществляют пучком ионов  $\text{Fe}^+$  при плотности тока 8–8,5 мА/см<sup>2</sup>, длительности импульсов 200–600 мкс, энергии ускоренных ионов 25–50 кэВ и флюенсе  $10^{17}$ – $3 \cdot 10^{17}$  см<sup>-2</sup>.

*Описание изобретения*

Изобретение относится к области нанотехнологий, связанных со способами обработки наноразмерных материалов, сохраняющими размеры образующих их наночастиц и увеличивающих прочность наноматериалов, особо со способами обработки поверхности, как керамических наноматериалов, так и компактированных порошкообразных нанокристаллических материалов.

Известен способ радиационно-термической обработки оксидной низкоразмерной керамики составом  $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$  [40], который осуществляют с применением мощного электронного пучка с энергией электронов 1,8 МэВ, длительностью импульсов 500 мкс и частотой следования импульсов 10–30 Гц. Обработка циркониевой керамики мощным электронным пучком приводит к существенному улучшению ее механических свойств за счет оптимизации фазового состава, а именно повышения содержания устойчивой тетрагональной фазы в структуре керамики. Однако для такого способа характерна высокая температура радиационно-термической обработки в пределах 1000–1600 °С. Поэтому при обработке нанокерамики известным способом в нанокристаллическом материале за счет высоких температур происходил интенсивный рост зерен, размер которых в несколько раз превосходил принятую границу размеров наноматериалов, равную 100 нм.

Известен способ обработки поверхности металлокерамических,  $\text{TiC}$ ,  $\text{WC}$  и керамических  $\text{ZrO}_2+(6\text{--}8)\% \text{Y}_2\text{O}_3$  наноматериалов

с использованием импульсных электронных пучков [41]. В известном способе используют пучок электронов диаметром 1–3 см с током до 300 А, длительностью импульса 50–200 мкс и частотой повторения до 10 Гц, мощностью 10–100 Дж/см<sup>2</sup>. С помощью такого пучка электронов осуществляют плавление поверхности металло-керамических или керамических наноматериалов. Это позволяет использовать пучок в целях модификации поверхности. Применяемые в этом способе сверхвысокие скорости нагрева ( $10^8$ – $10^{10}$  К/с) до температур плавления и последующего охлаждения тонкого приповерхностного слоя материала ( $10^{-7}$ – $10^{-6}$  м), весьма малое ( $10^{-6}$ – $10^{-3}$  с) время воздействия высоких температур, формирование предельных градиентов температур (до  $10^7$ – $10^8$  К/м), обеспечивающих охлаждение приповерхностного слоя за счет теплоотвода в основной объем материала со скоростью  $10^4$ – $10^9$  К/с, создают условия для эффективной модификации поверхности. Однако в результате применяемого способа размеры первичных зерен керамики, равные 20–40 нм, увеличиваются до субмикронных размеров, превышающих 100 нм. Применение известного способа для обработки и радиационной модификации наноматериалов на основе оксида алюминия в литературе не описано.

Известен способ обработки нанопорошков и получения нанокерамики на основе  $\alpha$ -оксида алюминия [42], включающий прессование и термическую обработку без приложения статического давления, причем прессование проводят магнито-импульсным методом (МИМ), обеспечивающим одноосное сжатие при амплитуде используемых импульсов давления 1,2 ГПа и длительности  $\tau_{\text{и}} = 200$ –300 мкс. Кроме того, в исходный нанопорошок в ряде случаев вводят оксиды магния и титана, которые хотя и уменьшают содержание  $\gamma$ -фазы в конечном продукте, но позволяют управлять процессами роста зерен. Применяемый в известном способе магнито-импульсный метод прессования увеличивает долю стабильной  $\alpha$ -фазы (в первичном порошке содержались в основном  $\gamma$ - и  $\delta$ -фазы  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) до 100 % в образцах без добавки магния и титана и до 96–98 % в допированных магнием и титаном образцах. Однако, из-за процессов агломерации размер частиц в  $\alpha$ -фазе  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , полученной с использованием известного метода, оказывается большим: 110–300 нм, что превышает границу в 100 нм, принятую для наноматериалов.



Из всех известных способов обработки наноразмерных материалов наиболее близким к заявляемому способу является способ обработки нанокристаллических порошков оксида алюминия, включающий импульсное воздействие ионного пучка [43]. В известном способе обработку нанокристаллических порошков  $\text{Al}_2\text{O}_3$  проводят с использованием пучков ионов железа от источника ионов типа MEVVA, работающего в импульсно-периодическом режиме с длительностью импульса 0,4 мс, частотой повторения 25 Гц. Энергия ускоренных ионов железа была равна 30 кэВ, флюенс  $10^{17} \text{ см}^{-2}$  и плотность тока 3 мА/см<sup>2</sup>. Облучаемые нанокристаллические порошки имели средний размер частиц 17 нм. Облучение порошков ионами железа не приводило к увеличению размеров образцов. Их размер и после облучения составлял 17 нм. Рентгеноэмиссионные исследования массивного кристалла  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , используемого в качестве эталона, исходного необлученного нанопорошка (17 нм)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и нанопорошка (17 нм)  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , облученного ионами железа показали, что при переходе от массивного эталонного образца  $\text{Al}_2\text{O}_3$  к необлученному нанокристаллическому порошкообразному образцу происходит изменение структуры, наблюдается переход  $\alpha$ -фазы к другой самостоятельной  $\gamma$ -фазе. (Из множества известных структурных модификаций  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и фаз  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$ ,  $\rho$ ,  $\chi$ ,  $\eta$  и  $\theta$  только фазы  $\alpha$ - и  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  считаются самостоятельными).

Достоинством известного способа является то, что облучение не изменяет размера частиц. Недостатком известного способа является то, что используемый режим облучения с малыми токами (до 3 мА/см<sup>2</sup>), сохраняя размеры наночастиц 17 нм в облученных образцах, не обеспечивает перехода ряда исходных наноразмерных частиц  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , находящихся в других возможных фазовых состояниях (например,  $\gamma$ - и  $\delta$ -фазы), в состояние с  $\alpha$ -фазой, являющейся наиболее устойчивой и обладающей максимальной (из всех фаз  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) твердостью. Это видно на рис. 65, на котором приведены дифрактограммы получаемого известным способом материала, образец АО-2102-1, в нем содержание  $\alpha$ -фазы не превышает 15–20 %.

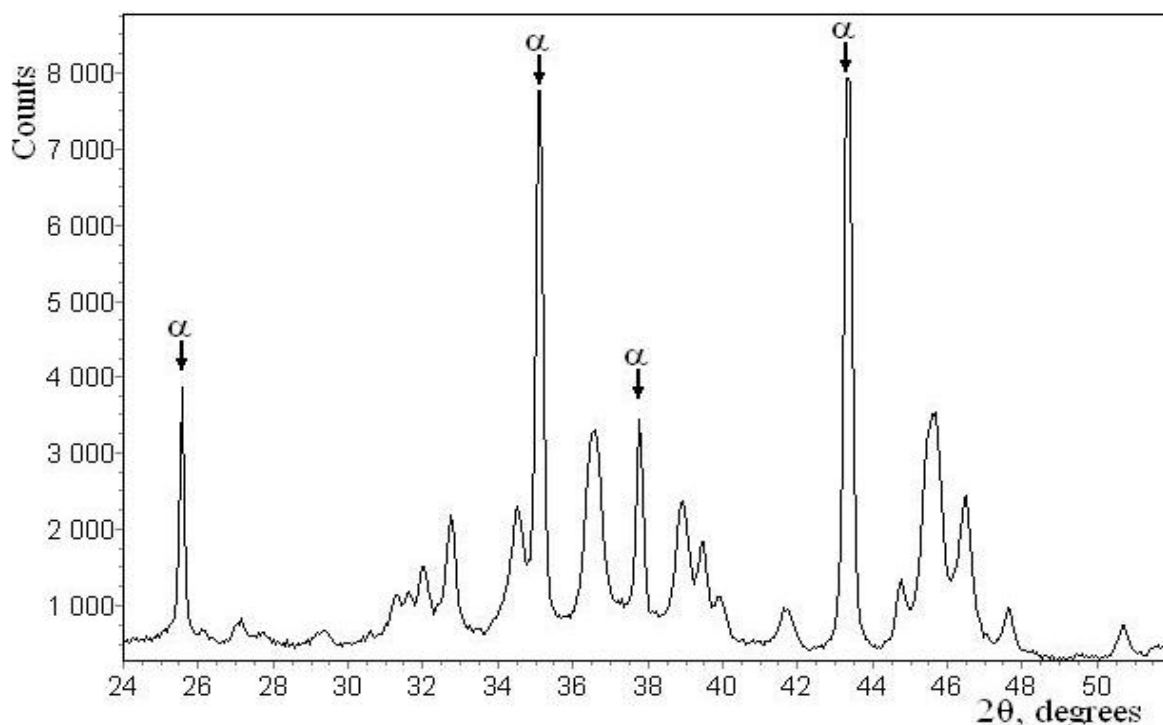


Рис. 65. Дифрактограмма образца АО-2102-1

Задачей изобретения является разработка способа обработки наноразмерных материалов в виде керамики или порошков на основе оксида алюминия, обеспечивающего сохранение размеров наночастиц в модифицированном материале, предотвращающего процесс агломерации (укрупнения) частиц и обеспечивающего перевод из  $\gamma$ -,  $\delta$ - или других метастабильных фаз в  $\alpha$ -фазу для повышения стабильности и твердости приповерхностных слоев материалов, что повышает их функциональные характеристики.

Для решения задачи применяют импульсное облучение образцов ионами железа с более высокой, чем в прототипе, плотностью тока. Сущность изобретения заключается в том, что обработку наноразмерных материалов на основе оксида алюминия ведут с использованием импульсного воздействия на материалы пучка ионов  $\text{Fe}^+$  при плотности тока  $8\text{--}8,5 \text{ мА/см}^2$ , длительности импульсов  $200\text{--}600 \text{ мкс}$ , энергии ускоренных ионов  $25\text{--}50 \text{ кэВ}$  и флюенсе  $10^{17}\text{--}3 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ .

Примеры осуществления способа приведены ниже.

*Пример 1.* Способ обработки наноразмерных материалов на основе оксида алюминия. В качестве исходного наноразмерного материала используют нанокерамику или нанопорошки  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , состоящие в основном из самостоятельной  $\gamma$ -фазы и частично мета-

стабильной  $\delta$ -фазы с размерами частиц 17 нм. При облучении исходных образцов на установке MEVVA используют импульсный пучок ионов  $\text{Fe}^+$  с длительностью импульса 200 мкс, энергией  $E = 25$  кэВ при плотности тока  $8 \text{ мА/см}^2$  и флюенсе  $10^{17} \text{ см}^{-2}$ . Применение способа обеспечивает получение в наноструктурированных образцах наночастиц размерами  $\sim 18$  нм, причем процент  $\alpha$ -фазы в образцах  $\sim 92$  %, а  $\gamma$ -фазы  $\sim 8$  %. Данные приведены в табл. 1. Тяжелые ионы  $\text{Fe}^+$  проникают в структуру материала и вызывают процессы перехода метастабильных  $\gamma$ - и  $\delta$ -фаз в стабильную  $\alpha$ -фазу (до 92 %), что повышает прочность керамики. Импульсный режим облучения препятствует развитию диффузионных процессов и агломерации (укрупнению) частиц.

*Пример 2.* Способ обработки наноразмерных материалов на основе оксида алюминия. В качестве исходных материалов применяют те же материалы, что и в примере 1. При облучении образцов используют установку MEVVA. Облучение образцов ведут импульсным пучком ионов  $\text{Fe}^+$  при следующих параметрах пучка: длительность импульса 300 мкс, энергия ионов  $\text{Fe}^+$  35 кэВ, ток  $\sim 8 \text{ мА/см}^2$ , флюенс  $10^{17} \text{ см}^{-2}$ . В результате облучения получают нанокерамику оксида алюминия с размерами частиц 20 нм, причем процент  $\alpha$ -фазы в образцах достигает 97 %, а  $\gamma$ -фазы – 3 % (табл. 1). Как видно из таблицы, режим 2 обеспечивает сохранение мелких наночастиц на уровне 18 нм, причем основная масса частиц переводится в  $\alpha$ -фазу, отличающуюся повышенной твердостью. Дифрактограмма полученного продукта  $\text{Al}_2\text{O}_3$  в  $\alpha$ -фазе приведена для образца АО-2098-3 на рис. 66. Другие фазы типа  $\gamma$  и  $\delta$  отсутствуют.

*Пример 3.* Способ обработки наноразмерных материалов – на основе оксида алюминия. В качестве исходных материалов применяли те же исходные образцы, что и в примере 1. Облучение образцов ведут на установке MEVVA при длительности импульса 600 мкс, энергии ионов  $\text{Fe}^+$  50 кэВ и плотности тока  $8,5 \text{ мА/см}^2$ , флюенсе  $10^{17} - 3 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ . При такой плотности тока ионов  $\text{Fe}^+$ , повышенной до 600 мкс, длительности импульса и повышенном флюенсе размер частиц увеличился до 60 нм с 99%-ным выходом  $\alpha$ -фазы, отличающейся повышенной твердостью. Применение ионов  $\text{Fe}^+$  и описанных выше режимов облучения позволяет полу-

чать легированный материал, обладающий высокой твердостью с размерами частиц 18–60 нм, соответствующими наноразмерным материалам, т. е. до 100 нм.

Таблица 1

Режимы обработки наноразмерных материалов  
на основе оксида алюминия

Параметры	Заявляемый способ		
	Режим 1 $E = 25$ кэВ $\tau_{\text{и}} = 200$ мкс $j = 8$ мА/см <sup>2</sup>	Режим 2 $E = 35$ кэВ $\tau_{\text{и}} = 300$ мкс $j = 8$ мА/см <sup>2</sup>	Режим 3 $E = 50$ кэВ $\tau_{\text{и}} = 600$ мкс $j = 8,5$ мА/см <sup>2</sup>
1. Флюенс, см <sup>-2</sup>	$10^{17}$	$10^{17}$	$3 \cdot 10^{17}$
2. Фазовый состав наночастиц Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	$\alpha$ (92 %), $\gamma$ (8 %)	$\alpha$ (97 %), $\gamma$ (3 %)	$\alpha$ (99 %), $\gamma$ (1 %)
3. Средний размер наночастиц, нм	18	20	60

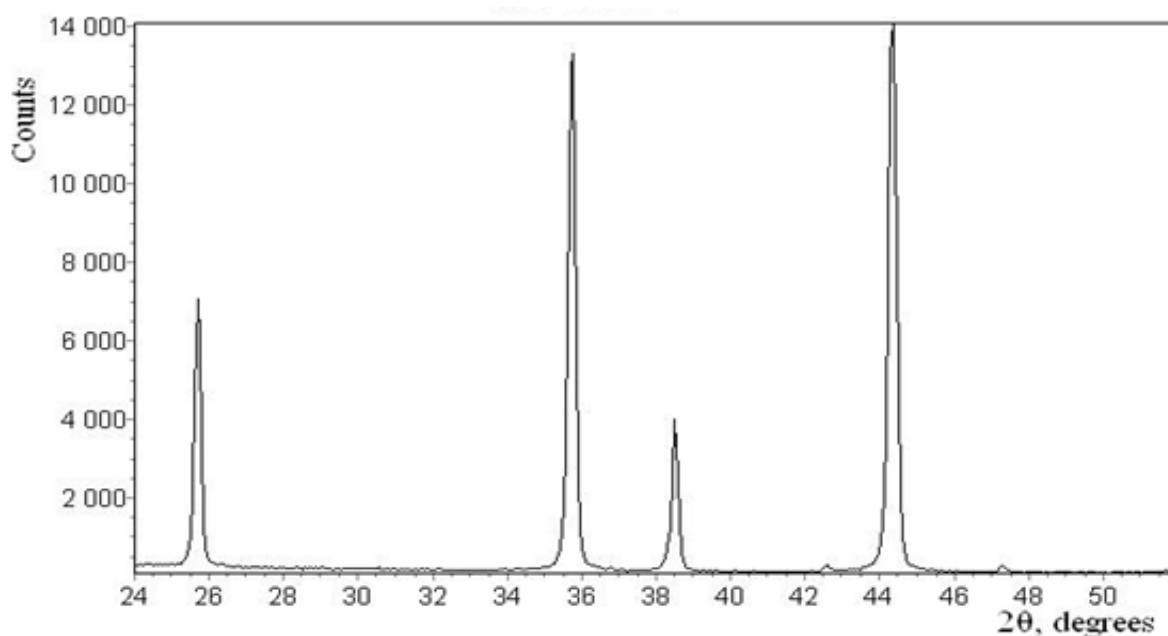


Рис. 66. Дифрактограмма образца АО-2098-3

При энергии пучка ионов Fe<sup>+</sup> 20 кэВ размер частиц сохраняется на уровне 17 нм, однако выход  $\alpha$ -фазы невелик, всего 28 %. При  $E > 50$  кэВ и при плотности тока более 8,5 мА/см<sup>2</sup> в импульсном режиме идет сильный разогрев образцов, что приводит к процессам агломерации и увеличению размеров наночастиц. Допускается изменение флюенса пучка ионов Fe<sup>+</sup> в пределах ( $10^{17}$ – $3 \cdot 10^{17}$ ),

размер частиц при этом не превышает 100 нм. Большой флюенс стимулирует процессы агломерации и укрупнения частиц.

Длительность импульса выбрана в диапазоне  $\tau_{\text{и}} = 200\text{--}600$  мкс, поскольку за это время ряд процессов (диффузия, отжиг дефектов) не успевают произойти и размеры частиц сохраняются на уровне до 100 нм. При  $\tau_{\text{и}} < 100$  мкс начинают проявляться эффекты дальнего действия на расстояниях, превышающих глубину расчетного пробега ионов  $\text{Fe}^+$ . При этом в результате ударно-волновых явлений возникают значительные повреждения атомной структуры материала. При  $\tau_{\text{и}} > 600$  мкс успевают протекать негативные термопроцессы, приводящие к укрупнению частиц и соответственно к потере свойств, характерных для наноматериалов.

Плотность тока в заявленном способе не менее  $8 \text{ мА/см}^2$ . При меньшей плотности тока возможны полиморфные превращения и снижение содержания (вплоть до единиц процентов)  $\alpha$ -фазы. Состав фаз во всех случаях подтвержден с помощью рентгено-структурного анализа. Примеры дифрактограмм, полученных на дифрактометре ДРОН-4 в излучении меди, были приведены ранее на рис. 65 и 66.

Таким образом, заявляемый способ обработки наноразмерных материалов на основе оксида алюминия позволяет модифицировать нанокерамику или компактированные нанопорошки на его основе, переводить их в  $\alpha$ -фазу, при сохранении размеров наночастиц, что позволяет управлять микроструктурой материала.

#### *Формула изобретения*

Способ обработки наноразмерных материалов на основе оксида алюминия, включающий импульсное воздействие на материалы пучка ионов  $\text{Fe}^+$ , отличается тем, что воздействие осуществляют пучком ионов  $\text{Fe}^+$  при плотности тока  $8\text{--}8,5 \text{ мА/см}^2$ , длительности импульсов  $200\text{--}600$  мкс, энергии ускоренных ионов  $25\text{--}50 \text{ кэВ}$  и флюенсе  $10^{17}\text{--}3 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ .

**Пат. 2435157 и 2454657 РФ. Способ и устройство для исследования люминесцентных свойств материала с пространственным микро- или наномасштабным разрешением**

И. А. Вайнштейн, А. С. Вохминцев. Заявл. 11.05.2010, опубл. 27.11.2011 и 27.06.2012. Бюл. № 33 и 18.

*Реферат*

Изобретение относится к измерительной технике. Способ включает облучение исследуемой области материала сканирующим электронным пучком, стимулирование люминесценции исследуемой области материала и регистрацию стимулированной люминесценции. Стимуляцию люминесценции исследуемой области осуществляют лазерным излучением, причем воздействие лазерного излучения на исследуемую область материала производят позже облучения этой области материала электронным пучком на время задержки, определяемое соотношением  $\tau_{\text{зад}} \geq 10\tau_{\text{зат}}$ , где  $\tau_{\text{зад}}$  – время задержки между воздействием на исследуемую область электронного пучка и лазерного излучения;  $\tau_{\text{зат}}$  – это время затухания катодolumинесценции исследуемой области материала, находящееся в пределах от 1 до 10<sup>9</sup> нс. Технический результат – повышение точности отождествления результатов люминесценции с конкретной областью образца, обеспечение экспрессности исследования, расширение возможности исследования люминесценции в материалах. Изобретение относится к способам бесконтактного неразрушающего исследования электрофизических характеристик материалов, в частности к способам исследования их люминесцентных свойств.

Известен способ исследования люминесцентных свойств люминофора, включающий облучение исследуемого материала  $\beta$ -излучением (низкоэнергетическими электронами) радиоактивного стронция <sup>90</sup>Sr/<sup>90</sup>Y с последующим стимулированием люминесценции в материале лазерным облучением и регистрацией стимулированной люминесценции [44]. Недостатком этого способа является отсутствие возможности пространственного микро- и наномасштабного разрешения при исследовании люминофора.

Наиболее близким к предложенному является способ исследования люминесцентных свойств материала с пространственным микро- или наномасштабным разрешением [45], включающий облучение исследуемой области материала (образца материала) сканирующим непрерывным электронным пучком продолжительностью до 5 мин для заполнения центров захвата носителями заряда и формирования люминесцентных комплексов, выдерживание материала в течение времени до 5 мин, последующий линейный нагрев всего образца материала со скоростью 0,15 К/с до требуемой температуры и регистрацию в процессе нагрева термостимулированной люминесценции. Недостатком способа-прототипа является отсутствие возможности исследования стимулированных в материале быстропротекающих процессов в образующихся люминесцентных комплексах, регистрации параметров возникающих при этом короткоживущих метастабильных состояний люминесцентных комплексов, в частности измерение времени жизни таких состояний.

Другим недостатком способа-прототипа является увеличенное время исследования вследствие необходимости продолжительного нагрева образца материала при регистрации термостимулированной люминесценции для каждой области материала, облученной электронным пучком. При необходимости исследования люминесценции нескольких областей образца люминофора полное время исследования образца материала, в зависимости от количества исследуемых областей, может находиться в пределах от десятков минут до десятков и сотен часов. Кроме того, вследствие нагревания при термической стимуляции всего образца материала и влияния на зарегистрированный результат люминесценции всех областей образца, включая исследуемую область, способ имеет пониженную точность отождествления результатов люминесценции с конкретной областью образца.

Задачей предложенного изобретения является повышение точности определения влияния параметров электронного пучка на люминесцентные характеристики материала, обеспечение исследования и регистрации параметров стимулированных в образце материала быстропротекающих процессов люминесцентных комплексов, расширение возможностей исследования параметров короткоживущих метастабильных состояний этих комплексов, сфор-

мированных в образце материала при облучении электронным пучком, а также сокращение времени измерений.

Для решения поставленной задачи способ исследования люминесцентных свойств материала с пространственным микро- или наномасштабным разрешением, включающий облучение исследуемой области материала сканирующим электронным пучком, последующее стимулирование люминесценции исследуемой области материала и регистрацию стимулированной люминесценции, отличается тем, что стимуляцию люминесценции исследуемой области осуществляют лазерным излучением. Причем воздействие лазерного излучения на исследуемую область материала производят позже облучением этой области материала электронным пучком на время задержки, определяемое соотношением

$$\tau_{\text{зад}} \geq 10\tau_{\text{зат}},$$

где  $\tau_{\text{зад}}$  – время задержки между воздействием на исследуемую область электронного пучка и лазерного излучения, с;  $\tau_{\text{зат}}$  – это время затухания катодолюминесценции исследуемой области материала, находящееся в пределах от 1 до  $10^9$  нс.

Техническим результатом является обеспечение возможности варьирования промежутка времени (время задержки) между облучением исследуемой области материала пучком электронов и стимуляцией его лазерным излучением, т. е. между формированием люминесцентных комплексов в конкретной исследуемой области материала и возбуждением люминесценции в этой же области. Это позволяет отождествить результат измерения люминесценции с конкретной, созданной с помощью электронного пучка областью люминесценции и исследовать влияние электронного пучка на конкретные центры люминесценции. Повышается точность определения влияния параметров электронного пучка на люминесцентные характеристики материала и воспроизводимость результатов измерений для каждой исследуемой области материала и разных образцов материалов. Проведение исследований при разных значениях времени задержки обеспечивает регистрацию параметров стимулированных в образце материала быстропротекающих процессов, расширение возможностей исследования параметров короткоживущих метастабильных состояний люминесцентных комплексов. Повышается точность сравнительного исследования



свойств разных образцов материалов. Сокращается время исследования образца материала, практически находящееся в диапазоне от нескольких десятков секунд до нескольких минут. Таким образом, использование в предложенном способе электронного и лазерного излучений обеспечивает повышение точности отождествления результатов люминесценции с конкретной областью образца. Повышается точность сравнительного исследования свойств разных образцов материалов. Расширяются возможности исследования люминесценции в материалах. Обеспечивается экспрессность исследований.

Изобретение поясняется чертежами (рис. 67–70). Устройство (рис. 69) для исследования люминесцентных свойств материала одной исследуемой области материала включает предметный столик 1 для размещения образца материала 2 (образец), источник 4 пучка электронов 5, источник 6 лазерного излучения 7 (лазер), блок синхронизации 8 пучка электронов 5 и лазерного излучения 7, детектор люминесценции 9 с блоком 10 регистрации люминесценции 11. Предметный столик 1 размещен на основании устройства (на чертеже не показано). Выход 12 блока синхронизации 8 соединен со входом 13 источника 4 пучка электронов, а выход 14 блока синхронизации 8 соединен со входом 15 источника 6 лазерного излучения. Выход 16 детектора 9 люминесценции 11 соединен со входом 17 блока 10 регистрации люминесценции 11, возбуждаемой лазерным излучением 7. В качестве детектора 9 может быть использован спектрально разрешаемый фотоприемник, например фотоэлектронный умножитель. В качестве блока 10 регистрации может быть использован компьютер с устройством преобразования сигнала детектора 9. Источники электронов 4 и лазерного излучения 6 осуществляют функции формирования соответственно электронного пучка 5 и лазерного излучения 7, имеющих размеры поперечного сечения наноразмерного масштаба или, при необходимости, более увеличенные размеры микронного масштаба, в зависимости от размеров исследуемой области 3. Источники электронов 4 и лазерного излучения 6 могут осуществлять функции формирования соответственно непрерывного электронного пучка 5 и непрерывного лазерного излучения 7 или импульсного электронного пучка 5 и импульсного лазерного излучения 7. В рассмотренном устройстве по рис. 69 источники электронов 5 и лазерного из-

лучения 7 выполнены таким образом, что электронный пучок 5 и лазерное излучение 7 направлены на одну и ту же облучаемую (исследуемую) область 3 материала 2.

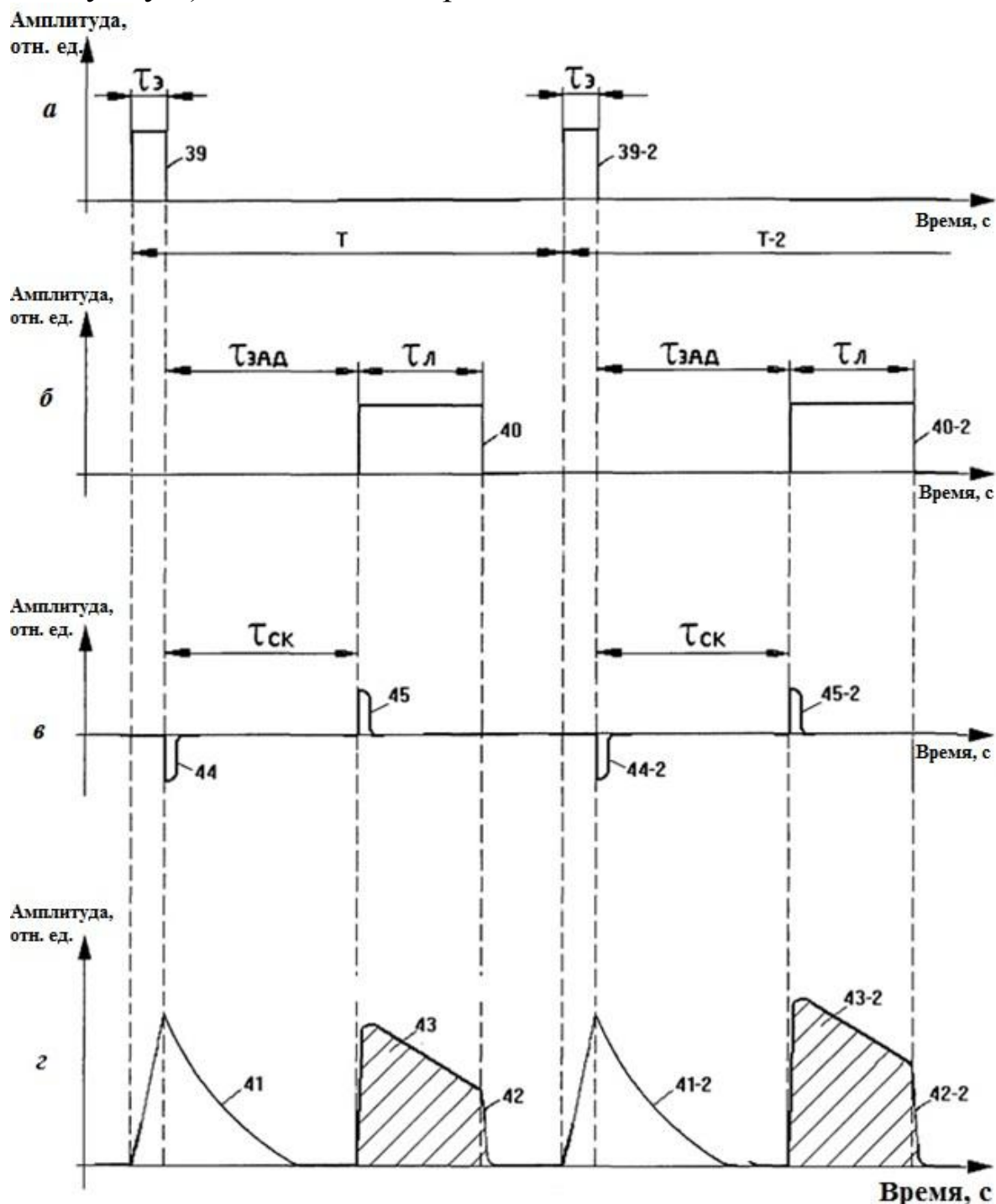


Рис. 67. Графики облучения исследуемой области материала электронным пучком (*a*) и лазерным излучением (*б*), управления сканированием (*в*), люминесценции исследуемой области материала (*г*):  $\tau_э$  и  $\tau_л$  – длительность времени облучения исследуемой области материала электронным пучком и лазерным излучением соответственно;  $\tau_{эад}$  – длительность задержки между облучением исследуемой области электронным пучком и лазерным излучением;  $\tau_{ск}$  – длительность времени сканирования

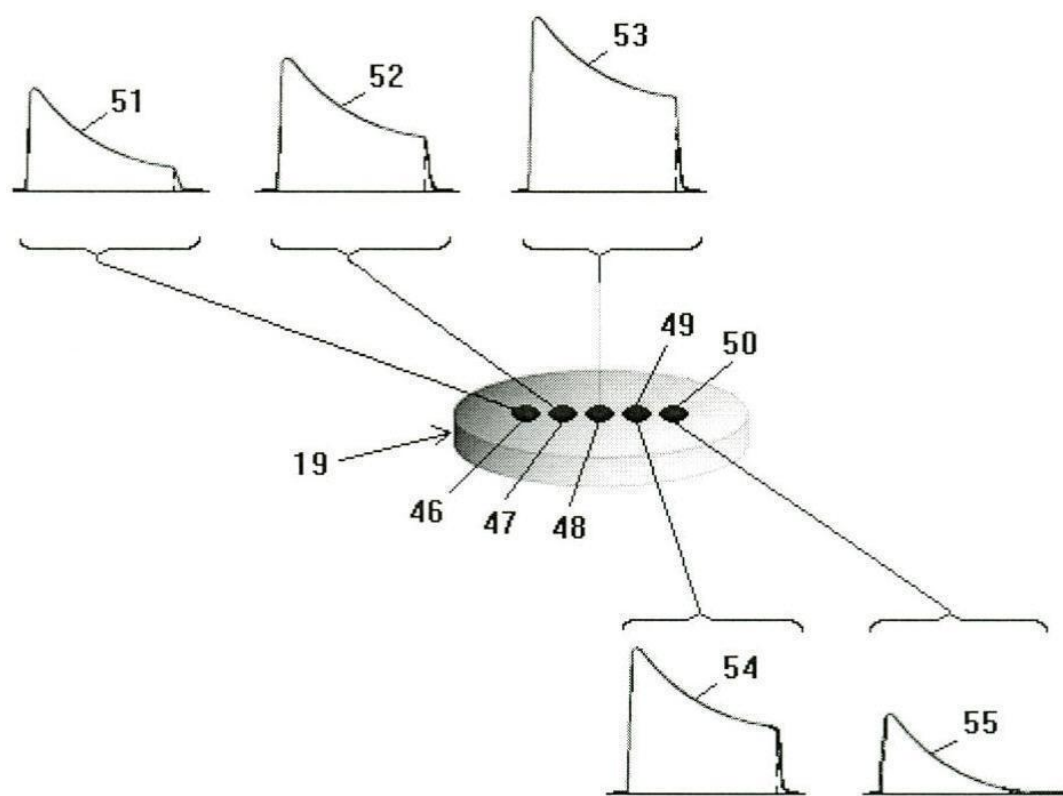


Рис. 68. Иллюстрация получения предложенным способом характеристик нескольких исследуемых областей материала

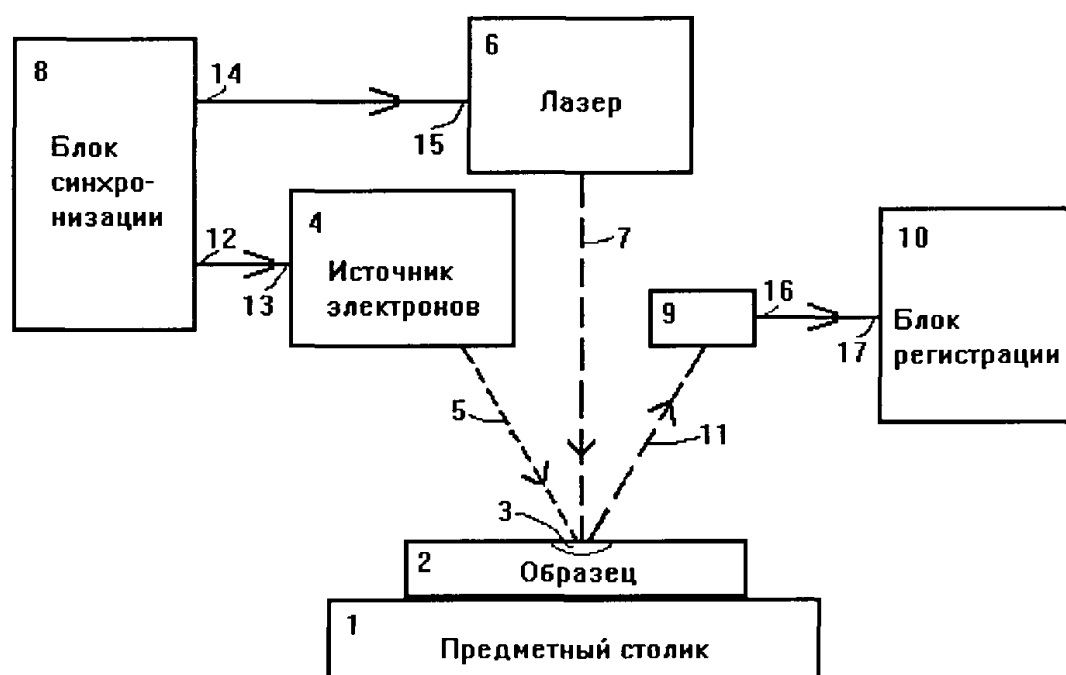


Рис. 69. Блок-схема устройства для исследования люминесцентных свойств одной исследуемой области материала

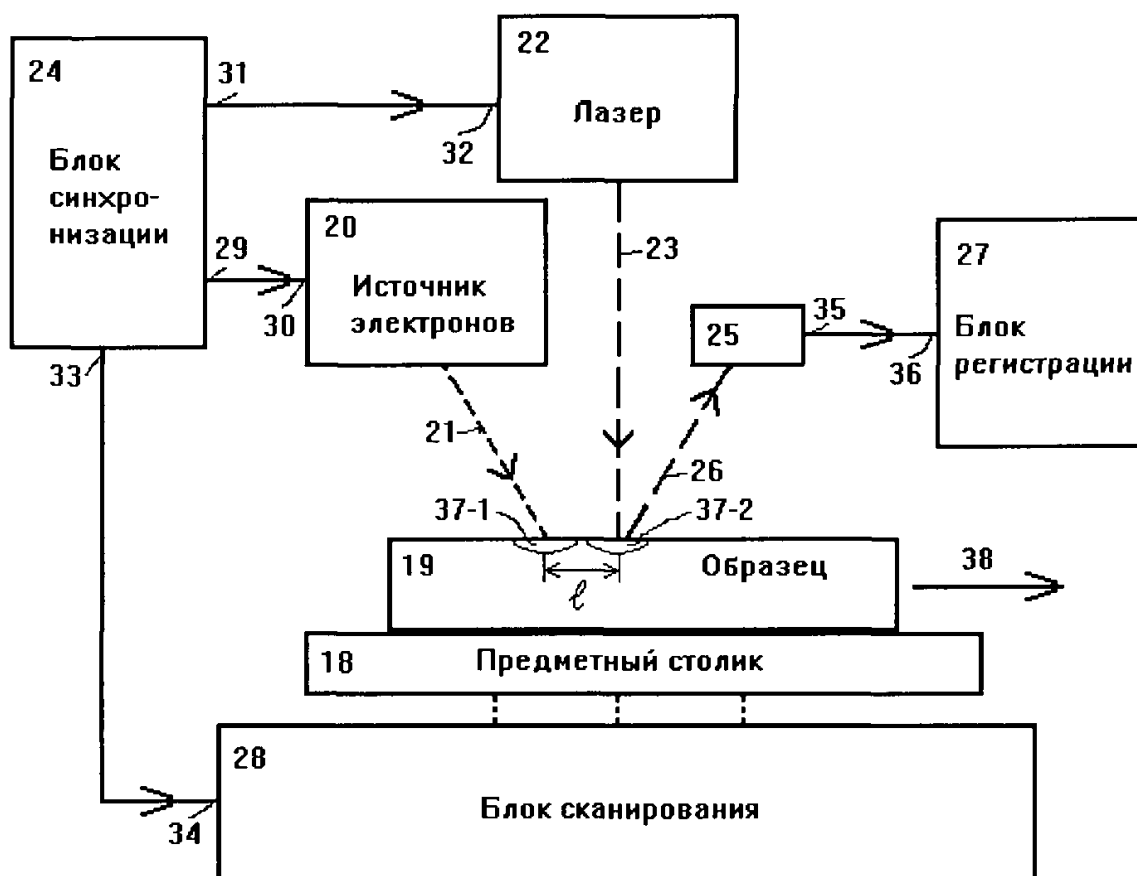


Рис. 70. Блок-схема устройства для исследования люминесцентных свойств нескольких исследуемых областей материала

Блок синхронизации 8 осуществляет функцию задержки воздействия лазерного излучения 7 на исследуемую область 3 материала 2 относительно времени воздействия на эту область электронного пучка 5 на период времени, определяемый соотношением

$$\tau_{\text{зад}} \geq 10 \tau_{\text{зат}}, \quad (3)$$

где  $\tau_{\text{зад}}$  — время задержки воздействия на исследуемую область материала лазерного излучения относительно воздействия на эту область электронного пучка, нс;  $\tau_{\text{зат}}$  — время затухания катодолюминесценции исследуемой области материала, находящееся в пределах от 1 до  $10^9$  нс.

Для осуществления вышеуказанной задержки воздействия лазерного излучения 7 на облучаемую область 3 материала 2 относительно времени воздействия на эту область электронного пучка 5 на период времени, определяемой соотношением (3), блок синхронизации 8 содержит два синхронизированных друг с другом зада-

ющих генератора (на рисунках не показаны ни задающие генераторы, ни устройство их синхронизации), один из которых формирует на своем выходе последовательность управляющих импульсов 39, показанных на рис. 67, а), а другой – последовательность управляющих импульсов 40, показанных на рис. 67, б). Указанные импульсы имеют длительности  $\tau_3$  и  $\tau_4$ , равные временам работы (от включения до выключения) соответственно источника 4 электронного пучка (импульс 39 длительностью  $\tau_3$ ) и источника 6 лазерного излучения (импульс 40 длительностью  $\tau_4$ ). Выход задающего генератора импульсов 39 непосредственно соединен с выходом 12 блока синхронизации 8, а выход задающего генератора импульсов 40 соединен с выходом 14 блока синхронизации (на рисунках не показано).

Упомянутые задающие генераторы синхронизированы друг относительно друга так, что при работе устройства каждый из импульсов 40 на выходе 14 блока синхронизации 8 задержан относительно импульса 39 на выходе 12 блока синхронизации 8 на время задержки, определяемое соотношением (3). Таким образом, своевременное включение и выключение друг за другом во времени источника 4 пучка электронов и источника 6 лазерного излучения обеспечивается при функционировании устройства подачей управляющих импульсов 39 и 40 с выходов 12 и 14 блока синхронизации 8 на входы 13 и 15 указанных источников.

Устройство (рис. 70) для исследования люминесцентных свойств материала нескольких исследуемых областей материала включает предметный столик 18 для размещения образца 19 исследуемого материала, источник 20 пучка электронов 21, источник 22 лазерного излучения 23, блок синхронизации 24, детектор 25 люминесценции 26 с блоком 27 регистрации люминесценции 26, возбуждаемой лазерным излучением 23. Предметный столик 18 размещен на блоке сканирования 28, осуществляющем функцию перемещения предметного столика 18 с образцом 19 исследуемого материала для обеспечения соответствующего перемещения пучка электронов 21 и лазерного излучения 22 по образцу материала 19.

В качестве детектора 25 может быть использован спектрально разрешаемый фотоприемник, в качестве блока 27 регистрации может быть использован компьютер с устройством преобразования сигнала детектора 25.

Функция сканирования в устройстве (рис. 70) осуществляется путем перемещения образца материала 19 относительно электронного пучка 21 и лазерного излучения 23, каждый из которых постоянно направлен в определенное место (область) образца 19 материала. Указанное перемещение расположенного на подвижном предметном столике 18 материала 19 осуществляется с помощью блока сканирования 28. В других исполнениях устройства и осуществления предложенного способа материал 19 может быть расположен на неподвижном предметном столике 18, а сканирование может осуществляться перемещением электронного пучка 21 и лазерного излучения 23 относительно неподвижного образца материала 19 (на чертежах не показано).

Выход 29 блока синхронизации 24 соединен со входом 30 источника 20 пучка электронов, выход 31 блока синхронизации 24 соединен со входом 32 источника 22 лазерного излучения, а выход 33 блока 24 синхронизации соединен со входом 34 блока сканирования 28. Выход 35 детектора люминесценции 25 соединен со входом 36 блока 27 регистрации люминесценции 26.

В устройстве (рис. 70) источники электронов 20 и лазерного излучения 22 также осуществляют функции формирования соответственно электронного пучка 21 и лазерного излучения 23, с размерами поперечного сечения наноразмерного или микронного масштаба. Источники электронов 4 и лазерного излучения 6 также могут осуществлять функции формирования соответственно непрерывного электронного пучка 21 и непрерывного лазерного излучения 23 или импульсного электронного пучка 21 и импульсного лазерного излучения 23. В рассматриваемом устройстве источники электронов 20 и лазерного излучения 22 выполнены так, что электронный пучок 21 направлен на исследуемую область 37-1 образца 19, а лазерное излучение 23 направлено на исследуемую область 37-2 этого образца, являющуюся соседней с областью 37-1 в направлении 38 перемещения исследуемого образца 19. Области 37-1 и 37-2 материала 19 отстоят друг от друга на расстоянии  $\ell$ . При функционировании рассматриваемого устройства исследуемая область 37-1 облучается электронным пучком 21, а после перемещения образца 19 в процессе сканирования в направлении 38 подпадает под воздействие лазерного излучения 23 в виде области 37-2 и облучается им.

Задержка воздействия лазерного излучения 23 на облучаемую область 37-2 образца материала 19 относительно времени воздействия на область 37-1 электронного пучка 21 на время задержки, определяемое соотношением (3), обеспечивается в устройстве соответствующим выбором расстояния  $\ell$  между указанными областями и скорости  $v$  сканирования (перемещения) образца 19 в соответствии с соотношением

$$\ell = v\tau_{\text{ск}}, \quad (4)$$

где  $\ell$  – расстояние между исследуемыми областями 37-1 и 37-2 материала 19, нм, измеряемое между центрами исследуемых областей;  $v$  – скорость перемещения (сканирования) электронного пучка 21 и лазерного излучения 23 относительно образца материала 19, нм/с;  $\tau_{\text{ск}}$  – время сканирования, которое равно или меньше времени задержки воздействия на исследуемую область материала 19 лазерного излучения 23 относительно воздействия на эту область электронного пучка 21, нс.

Блок сканирования 28 для перемещения предметного столика содержит, например, шаговый микродвигатель, управляемый импульсами со входа 34 блока синхронизации 28 с помощью схемы управления этим двигателем (на рисунке не показано). Указанный двигатель обеспечивает упомянутую выше скорость  $v$  перемещения предметного столика 18 с исследуемым материалом 19.

Для осуществления воздействия лазерного излучения 26 на облучаемую область материала 19 относительно времени воздействия на эту область электронного пучка 21 позже на период времени, определяемый соотношением (3), блок синхронизации 24 содержит два синхронизированных друг с другом задающих генератора (на рисунке не показано), один из которых формирует на своем выходе последовательность управляющих импульсов 39 (39-2), показанных на рис. 67, *а*), а другой – последовательность управляющих импульсов 40 (40-2), показанных на рис. 67, *б*). Указанные импульсы имеют длительности  $\tau_3$  и  $\tau_{\text{л}}$ , равные времени работы (от включения до выключения) соответственно источника 20 электронного пучка (импульсы 39, 39-2 длительностью  $\tau_3$ ) и источника 22 лазерного излучения (импульсы 40, 40-2 длительностью  $\tau_{\text{л}}$ ). Выход задающего генератора импульсов 39 непосредственно со-

единен с выходом 29 блока синхронизации 24, а выход задающего генератора импульсов 40 соединен с выходом 31 блока синхронизации (на рисунках не показано).

Упомянутые задающие генераторы синхронизированы друг относительно друга так, что при работе устройства каждый из импульсов 40 (40-2) на выходе 31 блока синхронизации 24 задержан относительно импульсов 39 (39-2) на выходе 29 этого блока синхронизации на время задержки, определяемое соотношением (3). Таким образом, своевременное включение и выключение друг за другом во времени источника 20 пучка электронов и источника 22 лазерного излучения обеспечивается при функционировании устройства подачей управляющих импульсов 39 (39-2) и 40 (40-2) с выходов 29 и 31 блока синхронизации 24 на входы соответственно 30 и 32 указанных источников. Как показано на рис. 67, импульсы 39 и 40 формируются в течение периода  $T$  работы блока синхронизации 24, а импульсы 39-2, 40-2 – в течение периода  $T-2$ , следующего за периодом  $T$ . За периодом  $T-2$  могут следовать и другие периоды с аналогичными импульсами (на рисунке не показано).

В блоке синхронизации 24 имеется также дифференцирующий блок, два входа которого соединены с выходами вышеупомянутых задающих генераторов, а выход – с выходом 33 блока синхронизации 24 (на рисунке не показано). Дифференцирующий блок (в соответствии с известной функцией дифференцирования импульсов) образует на своем выходе, а значит, на выходе 33 блока синхронизации 24 отрицательный импульс 44 от заднего фронта каждого импульса 39 (39-2) (рис. 67, в) одного задающего генератора, а затем положительный импульс 45 от переднего фронта каждого импульса 40 (40-2) другого задающего генератора. При этом время между отрицательным и положительным импульсами 44, 45 являющееся временем сканирования  $\tau_{ск}$ , получается равным  $\tau_{зад}$  – времени задержки воздействия на исследуемую область материала 19 лазерного излучения 23 относительно воздействия на эту область электронного пучка 21. При скорости  $v$  микродвигателя блока сканирования 28, устанавливаемой в соответствии с соотношением (4), соединение между собой блока синхронизации 24 и блока сканирования 28 обеспечивает перемещение материала 19 на требуемое расстояние  $\ell$  (рис. 70) во время  $\tau_{ск}$ , в течение которого включены источники 20 электронного пучка 22 и лазерного излуче-



ния. В описываемом устройстве по при необходимости время сканирования  $\tau_{ск}$  может быть установлено меньшим, чем время  $\tau_{зад}$  (на рисунке не показано).

Отметим, что описанный выше дифференцирующий блок, являющийся частью блока синхронизации 24, выполнен таким образом, чтобы на его выходе не формировались импульсы от переднего фронта импульсов 39 (39-2) и от заднего фронта импульсов 40 (40-2) задающих генераторов (на рисунке не показано).

Блоки синхронизации 8 и 24 могут быть выполнены с использованием микропроцессорных устройств с соответствующим интерфейсом для согласования с источниками излучений 4, 6, 20, 22 и блоком сканирования 28.

В процессе работы устройства (рис. 69) осуществляется предложенный способ исследования люминесцентных свойств одной исследуемой области 3 материала 2.

При включении устройства с выхода 12 блока синхронизации 8 поступает на вход 13 источника электронов 4 импульс 39 (см. рис. 67, а), длительность  $\tau_z$  которого определяет длительность работы источника электронов 4. Производится облучение исследуемой области 3 материала 2 электронным пучком 5. В случае, когда размеры исследуемой области 3 больше размеров поперечного сечения пучка электронов 5, последний сканирует по поверхности области 3 до полного облучения всей области 3. В частном случае равенства размеров и конфигурации исследуемой области 3 с размерами и конфигурацией сечения электронного пучка 5 пучок 5 облучает область 3 без сканирования в течение времени, определяемого условиями исследования люминесценции и находящегося, например, в диапазоне от 80 нс до 10 мс. В процессе облучения области 3 электронным пучком 5 в этой области возникает катодолюминесцентное излучение исследуемого материала (импульс 41 на рис. 67, з). Катодолюминесцентное излучение после окончания облучения области 3 электронами 5 затухает в течение времени, меньшего, чем установленное время  $\tau_{зад}$ , по истечении которого начинается облучение области 3 лазерным излучением 7.

По окончании облучения исследуемой области 3 электронным пучком 5 через время задержки  $\tau_{зад}$ , равное, в частности, 100 нс, с выхода 14 на вход 15 источника 6 лазерного излучения подается

импульс 40 (см. рис. 67, б), длительность  $\tau_d$  которого определяет длительность работы источника 6 лазерного излучения. Производится облучение исследуемой области 3 материала 2 лазерным излучением 7 в течение времени, находящегося, в частности, в пределах от 80 нс до 100 мс. Возникающее при этом люминесцентное излучение (11 на рис. 69, импульс 42 на рис. 67, г) попадает на детектор люминесценции 9. Соответствующий люминесценции импульсный сигнал 42 с выхода 16 детектора 9 приходит на вход 17 блока регистрации 10, запоминается, выводится на монитор компьютера, обрабатывается в блоке регистрации 18 (на рисунке не показано). Одной из характеристик исследуемой области 3 материала является, например, поглощенная доза облучения этой области, пропорциональная площади 43 импульса 42 (см. рис. 67, г).

При диаметре круглой исследуемой области 3, в частности, равном 20 нм, обеспечивается наноразмерное разрешение при исследовании люминесценции материала 2. При диаметре круглой исследуемой области 3, равном, например, 5 мк, разрешение будет микроразмерным.

Выбор облучения материала 2 непрерывными электронным пучком 5 и лазерным излучением 7 или импульсными электронным пучком и импульсным лазерным облучением зависит от требуемых условий исследования или определяется имеющимся оборудованием.

Время задержки  $\tau_{\text{зад}}$  устанавливается в соответствии с соотношением (3), в зависимости от времени затухания  $\tau_{\text{зат}}$  катодолюминесценции исследуемого материала, находящегося в пределах от 1 до  $10^9$  нс. Например, при времени затухания 1 нс время задержки должно быть не менее 10 нс, при времени затухания 1 000 нс время задержки устанавливается не меньше, чем 10 000 нс. Максимальное значение времени задержки в каждом указанном случае устанавливается, с одной стороны, исходя из того, чтобы чрезмерно не увеличивать время исследования материала. С другой стороны, максимальное время задержки выбирается так, чтобы уровень (величина, амплитуда, интенсивность) затухающей катодолюминесценции был в 10–15 раз меньше уровня исследуемой люминесценции материала, вызываемой лазерным излучением.

В табл. 2 приведены предназначенные для использования при осуществлении предложенного способа значения  $\tau_{\text{зат}}$  и  $\tau_{\text{зад}}$  для некоторых материалов.

Таблица 2

Время затухания для некоторых материалов

Исследуемый материал	Время затухания катодолюминесценции $\tau_{\text{зат}}$ , нс	Время задержки $\tau_{\text{зад}}$ , не менее, нс
n-GaP	20	200
YAG : Ce	70	700
NaI : Tl	230	$2,3 \cdot 10^3$
BGO	$3,0 \cdot 10^2$	$3,0 \cdot 10^3$
a-SiO <sub>2</sub> (1,9 эВ)	$2,8 \cdot 10^4$	$2,8 \cdot 10^5$
a-SiO <sub>2</sub> (2,65 эВ)	$4,9 \cdot 10^6$	$4,9 \cdot 10^7$

В процессе работы устройства (см. рис. 70) осуществляется предложенный способ исследования люминесцентных свойств исследуемых областей 37-1 и 37-2 материала 19 со сканированием электронного пучка 21 и лазерного излучения 23 относительно образца материала 19 при переходе от одной исследуемой области к другой.

При включении устройства с выхода 29 блока синхронизации 24 (см. рис. 70) поступает на вход 30 источника электронов 20 импульс 39 (рис. 67, а), длительность  $\tau$ , которого определяет длительность работы источника электронов 20. Производится облучение исследуемой области 37-1 материала 19 электронным пучком 21 аналогично тому, как это описано выше для исследуемой области 3 (см. рис. 69). В процессе облучения области 37-1 электронным пучком 21 в этой области возникает катодолюминесцентное излучение исследуемого материала (41 на рис. 67, з), которое после окончания облучения области 37-1 электронами 21 затухает в течение времени, меньшего, чем установленное время  $\tau_{\text{зад}}$ .

По окончании облучения области 37-1 пучком электронов 21 (импульс 39) осуществляется сканирование материала 19 в направлении 38 (см. рис. 70). При этом облученная электронами область материала (37-1) перемещается в положение 37-2 для последующего облучения ее лазерным излучением 26 через время задержки  $\tau_{\text{зад}}$ , равное, например, 100 нс. Сканирование обеспечивается подачей с выхода 33 блока синхронизации 24 отрицательного импульса

44 (см. рис. 67, в) на вход 34 блока сканирования 28. Импульс 44 с помощью схемы управления запускает шаговый микродвигатель блока сканирования (на рисунке не показано) для перемещения материала 19 в направлении 38. Затем, через время  $\tau_{ск}$ , вследствие прихода на вход 34 блока сканирования 28 положительного импульса 45, выключается микродвигатель блока сканирования, останавливается перемещение материала 19.

Далее с выхода 31 блока синхронизации на вход 32 источника 22 лазерного излучения подается импульс 40 (см. рис. 67, б) длительность которого  $\tau_{л}$  определяет длительность работы источника 22. Производится облучение исследуемой области 37-2 материала 19 лазерным излучением 23 в течение времени, находящегося, в частности, в пределах от 80 нс до 100 мс. Возникающее при этом люминесцентное излучение (26 на рис. 69, 42 на рис. 67, г) попадает на детектор люминесценции 25. Соответствующий люминесценции импульсный сигнал с выхода 35 детектора 25 приходит на вход 36 блока регистрации 27, запоминается и обрабатывается в блоке регистрации 27, выводится на монитор компьютера (на рисунке не показано). Одной из характеристик исследуемой области 37-2 материала является, в частности, поглощенная доза облучения этой области, пропорциональная площади 43 импульса 42.

Описанный процесс облучения исследуемых областей материала 19 электронным и лазерным излучениями и регистрации люминесценции, происходящий в период  $T$  (см. рис. 67), повторяется в период  $T-2$  и последующие периоды для получения результатов исследования других областей материала 19 (рис. 68).

Диаметры электронного пучка 21 и лазерного излучения 23 выбраны, в частности, равными 20 нм, при этом обеспечивается наноразмерное разрешение исследования люминесценции материала 19. В этом случае расстояние  $\ell$  между исследуемыми областями 37-1 и 37-2 устанавливается равным, например, 24 нм. Расстояние  $\ell$  между исследуемыми областями выбирается, в частности, таким, чтобы соседние исследуемые области не перекрывались, или по другим соображениям.

При диаметре электронного пучка 21 и лазерного излучения 23, равном, например, 8 мк, разрешение будет микроразмерным.

При этом расстояние  $\ell$  между исследуемыми областями 37-1 и 37-2 будет равно, например, 9,6 мк.

Выбор облучения материала 19 непрерывным электронным пучком 21 и лазерным излучением 23 или импульсным электронным пучком и импульсным лазерным облучением зависит от требуемых условий исследования или определяется имеющимся оборудованием.

Описанный процесс облучения и перемещения образца материала 19 повторяется требуемое число раз для исследования заданного количества исследуемых областей материала 19. На рис. 68 приведены результаты исследования предложенным способом областей 46, 47, 48, 49 и 50 материала 19. Для каждой из областей 46–50 материала 19 получена соответствующая импульсная характеристика 51, 52, 53, 54, 55, отражающая величину поглощенной дозы в исследуемой области материала и интенсивность люминесценции каждой из исследуемых областей, включающих определенное количество люминесцентных комплексов.

#### *Формула изобретения*

Способ исследования люминесцентных свойств материала с пространственным микро- или наномасштабным разрешением, включающий облучение исследуемой области материала сканирующим электронным пучком, последующее стимулирование люминесценции исследуемой области материала и регистрацию стимулированной люминесценции, отличается тем, что стимуляцию люминесценции исследуемой области осуществляют лазерным излучением. Причем воздействие лазерного излучения на исследуемую область материала производят позже облучения этой области материала электронным пучком на время задержки, определяемое соотношением

$$\tau_{\text{зад}} \geq 10\tau_{\text{зат}},$$

где  $\tau_{\text{зад}}$  – время задержки между воздействием на исследуемую область электронного пучка и лазерного излучения, с;  $\tau_{\text{зат}}$  – это время затухания катодолюминесценции исследуемой области материала, находящееся в пределах от 1 до  $10^9$  нс.

**Пат. 2441256 РФ. Сцинтилляционный детектор электронного и  $\beta$ -излучения**

А. Н. Черепанов, Ю. И. Чернухин, В. А. Терехин,  
Б. В. Шульгин, В. Ю. Иванов, И. А. Гофман, А. А. Лещев,  
О. С. Тесленко. Заявл. 29.04.2010; опубл. 27.01.2012. Бюл. № 3.

*Реферат*

Предложен сцинтилляционный детектор электронного и  $\beta$ -излучения для идентификации источников электронного,  $\beta$ - и позитронного излучений.

Суть изобретения: замедлитель электронов и сцинтиллятор выполнены в виде единого блока, представляющего собой сборку сцинтиллирующих волокон, расположенных перпендикулярно направлению распространения регистрируемого излучения, а фотоприемник выполнен в виде двухкоординатно-чувствительного фоторегистратора, например ПЗС-матрицы.

Технический результат: повышение точности определения энергетического распределения электронов в регистрируемом потоке.

*Описание изобретения*

Изобретение относится к области детекторов ионизирующих излучений, чувствительных к электронному и  $\beta$ -излучению, предназначенных для определения энергии электронного и  $\beta$ -излучения и применяемых в дозиметрической и таможенной практике для идентификации источников, электронного и  $\beta$ -излучения, а также при работе с радиоизотопами в медицинской диагностике и терапии.

Известен сцинтилляционный детектор ядерных излучений (патент *US 3688118*, кл. G01T 1/00, 1972), который содержит два сцинтилляционных детектора, один из которых чувствителен к заряженным частицам, к электронному и  $\beta$ -излучению и нейтронам, а второй сцинтилляционный детектор чувствителен только к заряженным частицам, к электронному и  $\beta$ -излучению. Однако ни один из этих сцинтилляционных детекторов электронного и  $\beta$ -излучения не пригоден для идентификации их энергии, поскольку каждый из них работает только в счетном режиме.

Известны сцинтилляционные детекторы электронного и  $\beta$ -излучения на основе органических материалов [46]. Органические сцинтилляторы, уступая неорганическим по термической устойчивости, обладают рядом преимуществ: они обладают малой длительностью сцинтилляций и являются быстрыми сцинтилляторами нано- и пикосекундного диапазона. Они, в отличие от неорганических сцинтилляторов, пригодны для регистрации супермягкого электронного и  $\beta$ -излучения. Однако органические сцинтилляционные детекторы работают в счетном режиме и не обеспечивают спектрометрии электронного и  $\beta$ -излучения. Использование органических сцинтилляторов в сцинтилляционных спектрометрах ограничено из-за их крайне низкого энергетического разрешения (несколько десятков процентов) и из-за необходимости применения сложных спектрометрических электронных трактов.

Известен сцинтилляционный детектор электронного и  $\beta$ -излучения в виде последовательно соединенных сцинтилляционного кристалла  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  и световода из органического водородсодержащего вещества-сцинтиллятора на основе стильбена или пластмассы  $(\text{CH})_n$ , чувствительного к быстрым нейтронам, а также электронному и  $\beta$ -излучению (патент RU 2088952, кл. G01N 1/20, 1997). Однако известный сцинтилляционный детектор (по патенту RU №2088952) применяется только в счетном режиме. Возможность его применения для определения энергии электронного и  $\beta$ -излучения ограничена из-за низкого энергетического разрешения используемых в нем материалов: энергетическое разрешение кристаллов  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  обычно составляет 15–20 %, а органического компонента сцинтилляционного детектора – десятки процентов. Кроме того, известный сцинтилляционный детектор для определения энергии требует применения сложного спектрометрического электронного тракта.

Известен сцинтилляционный детектор, в частности сцинтилляционный детектор электронного и  $\beta$ -излучения (патент US 5514870, кл. G01T 001/202; G01T 001/203, 1996). Сцинтилляционный детектор содержит чистый кристалл CsI и быстрый пластический сцинтиллятор NE102A. В качестве фотоприемника используют фотоумножитель. При регистрации падающей радиации световые сцинтилляции от обоих сцинтилляторов – пластика и кристалла CsI – поступают на фотоумножитель, сигналы от которого

обрабатываются электронным трактом. Однако тракт обработки сигналов известного детектора оказывается сложным. Он включает в себя анализатор импульсов, временной селектор с короткими и длинными временными воротами. Детектор при анализе вида падающей радиации обеспечивает высокое временное разрешение (3 нс), задаваемое пластиком. Однако при определении энергии падающего электронного или  $\beta$ -излучения временное разрешение детектора оказывается недостаточно высоким: для чистого кристалла CsI оно составляет 30 нс.

Известен сцинтилляционный детектор электронного и  $\beta$ -излучения, описанный в работе [47]. Детектор содержит сцинтиллятор, фотоприемник и тракт обработки сигналов. В качестве сцинтиллятора в известном устройстве применяют кристаллы антрацена, обладающие малым временем высвечивания (до 4 нс) и не требующие в отличие от кристаллов NaI:TI герметичной упаковки. В качестве фотоприемника применяют фотоэлектронный умножитель. Сцинтиллятор выбирается такого размера, чтобы его площадь равнялась площади катода торцевого фотоумножителя, а толщина – пробегу  $\beta$ -частиц с максимальной энергией. Тракт обработки сигналов известного сцинтилляционного  $\beta$ -спектрометрического детектора содержит блок анализатора, который регистрирует только импульсы, соответствующие пику полной энергии и анализирует формируемый амплитудный спектр, а также содержит сложную схему, которая корректирует получаемый амплитудный спектр из-за нелинейной зависимости световыхода антрацена от энергии электронного и  $\beta$ -излучения при энергиях ниже 100 кэВ. Недостатком известного устройства является постоянная толщина выбранного сцинтиллятора, равная, по крайней мере, пробегу  $\beta$ -частиц с максимальной энергией, что делает его малоприменимым, если требуются измерения  $\beta$ -источников других типов с более жестким спектром, т. е. с большей максимальной энергией. Недостатком является также наличие сложной схемы анализатора и коррекции сигналов.

Наиболее близким к заявляемому является сцинтилляционный детектор электронного и бета-излучения (патент 2251124 от 14.10.2003), который состоит из клинообразного поглотителя излучения вогнутой формы, сцинтиллятора в виде одномерного сцинтилляционного экрана, фотоприемника в виде одномерной фото-



чувствительной линейки и тракта обработки сигналов. Электронное или  $\beta$ -излучение в известном детекторе попадает на клинообразный поглотитель излучения и проникает сквозь него на глубину, не превышающую максимальный экстраполированный пробег электронов ( $\beta$ -частиц) для данной энергии. Прошедшее сквозь поглотитель излучение попадает на сцинтиллятор, обеспечивая его свечение и загрузку находящегося в оптическом контакте с ним фотоприемника. Благодаря клинообразной форме поглотителя свечение сцинтиллятора и соответственно загрузка фотоприемника имеет место от начала (нулевой толщины) клина до некоторого предела, соответствующего определенной толщине клина, по которому и можно определить максимальную энергию падающего излучения. Таким образом, координата крайней светящейся ячейки сцинтилляционного экрана соответствует некоторой максимальной энергии регистрируемого излучения. Фоторегистрирующее устройство и тракт обработки сигналов определяют крайнюю светящуюся ячейку сцинтилляционного экрана путем сравнения сигнала от каждой ячейки фоторегистрирующей линейки с сигналом, соответствующим пороговому значению, адекватному фону. Однако известный детектор электронного и  $\beta$ -излучения, имея относительно простой тракт обработки сигналов, обладает и принципиальным недостатком, связанным с тем, что движение электронов ионизирующего излучения при их замедлении внутри клинообразного замедлителя происходит не по прямолинейной, а по сложной ломаной траектории. По этой причине крайняя светящаяся точка сцинтилляционного экрана может лишь качественно (очень неточно) указывать на энергию регистрируемых электронов. Особенно высокие неточности определения энергии электронного и  $\beta$ -излучения известным детектором имеют место при малых энергиях электронных излучений, т. е. в области малых толщин клинообразного замедлителя. Таким образом, известный детектор электронного и  $\beta$ -излучения имеет низкое энергетическое разрешение в широком диапазоне энергий регистрируемых излучений и не пригоден для спектрометрических измерений.

Задачей предлагаемого изобретения является создание технического решения детектора электронного и  $\beta$ -излучения с относительно простым трактом обработки сигналов, обеспечивающего

повышенную точность определения энергии электронного или  $\beta$ -излучения.

Задача изобретения решается благодаря тому, что в предлагаемом техническом решении детектора электронного и  $\beta$ -излучения замедлитель электронов и сцинтиллятор выполнены в виде единого блока из сборки сцинтиллирующих волокон, расположенных перпендикулярно направлению распространения регистрируемого излучения, а фотоприемник выполнен в виде двухкоординатно-чувствительного фоторегистратора, например ПЗС-матрицы.

Схема предлагаемого технического решения детектора электронного и  $\beta$ -излучения представлена на рис. 71.

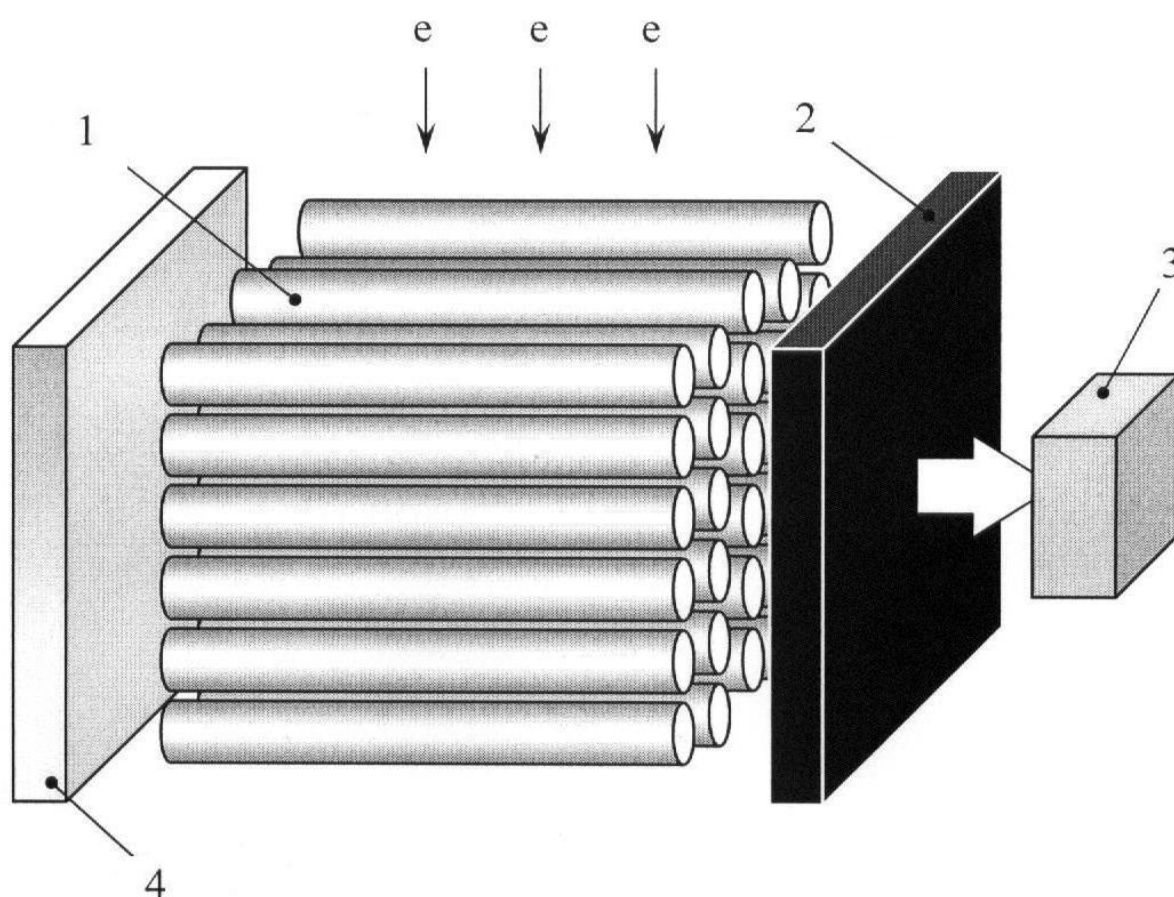


Рис. 71. Детектор электронного и  $\beta$ -излучения

Предлагаемый детектор электронного и  $\beta$ -излучения состоит из сборки 1 сцинтилляционных волокон, двухкоординатно-чувствительного фоторегистратора 2 (например, ПЗС-матрицы), блока обработки сигналов 3 и светотражающего зеркала 4. Сборка

сцинтилляционных волокон 1 находится в оптическом контакте с фоторегистратором 2 и зеркалом 3.

Предлагаемый детектор электронного и  $\beta$ -излучения работает следующим образом. Электронное или бета-излучение попадает на сборку 1 сцинтилляционных волокон в направлении, перпендикулярном расположению волокон, вызывая в волокнах появление сцинтилляционных вспышек. По мере проникновения электронного или  $\beta$ -излучения вглубь сборки 1 сцинтилляционных волокон происходит уменьшение энергии регистрируемых электронов до такого уровня, при котором возникновение сцинтилляционных вспышек становится невозможным. Толщина сборки 1 сцинтилляционных волокон всегда выбирается больше максимального пробега регистрируемых электронов. Сцинтилляционные вспышки, возникшие в волокнах сборки 1, по этим же волокнам передаются в двухкоординатно-чувствительный фоторегистратор 2, находящийся в оптическом контакте с одним из торцов сцинтилляционных волокон сборки 1. Другие торцы волокон сборки 1 находятся в оптическом контакте со светоотражающим зеркалом 4, которое повышает светосбор сцинтилляционных вспышек на фоторегистраторе 2. Таким образом, в результате попадания электронного или  $\beta$ -излучения на сборку 1 сцинтилляционных волокон на фотоприемнике 2 возникает двумерная яркостная картина, позволяющая достаточно точно судить об энергетическом распределении электронов в регистрируемом потоке. Несмотря на то, что движение электронов ионизирующего излучения при их замедлении внутри сборки волокон происходит не по прямолинейной, а по сложной ломаной траектории, точность определения энергии электронов в предлагаемом детекторе оказывается выше, чем, например, в случае известного детектора с клинообразным замедлителем (пат. № 2251124 от 14.10.2003), поскольку, во-первых, светосбор сцинтилляций происходит в параллельных каналах, формируемых отдельными волокнами по всей ширине регистрируемого потока ионизирующего излучения, а во-вторых, получаемая двумерная картина позволяет вести более точный анализ энергетического распределения электронов в регистрируемом потоке излучения. Сигнал с фоторегистратора 2 считывается блоком обработки сигналов 3.

Дополнительным преимуществом предлагаемого сцинтилляционного детектора электронного и  $\beta$ -излучения является возможность регистрации не только электронного и  $\beta$ -излучения, но и позитронного излучения.

*Формула изобретения*

Сцинтилляционный детектор электронного и  $\beta$ -излучения, включающий замедлитель электронов, сцинтиллятор, фотоприемник и тракт обработки сигналов, отличается тем, что замедлитель электронов и сцинтиллятор выполнены в виде единого блока из сборки сцинтиллирующих волокон, расположенных перпендикулярно направлению распространения регистрируемого излучения, а фотоприемник выполнен в виде двухкоординатно-чувствительного фоторегистратора.

**Пат. 2473925 и 2473926 РФ. Способ и устройство для определения поглощенной дозы  $\beta$ -излучения в твердотельном термолюминесцентном детекторе**

И. А. Вайнштейн, Д. М. Спиридонов, А. С. Вохминцев. Заявл. 29.07.2011, опубл. 27.01.2013. Бюл. №3.

*Реферат*

Изобретение относится к радиационной физике, является способом оценки накопленной дозы ионизирующего  $\beta$ -излучения с использованием твердотельных термолюминесцентных детекторов и может быть использовано при персональной дозиметрии при мониторинге радиационной обстановки в различных условиях. Сущность изобретения заключается в том, что способ включает нагрев указанного детектора от комнатной температуры с одновременным измерением в процессе нагрева интенсивности термолюминесцентного свечения и последующей оценкой поглощенной дозы по параметрам полученной кривой термовысвечивания, при этом в качестве твердотельного термолюминесцентного детектора использован монокристаллический нитрид алюминия AlN, нагрев детектора ведут до температуры не менее 400 °С, а измерение интенсивности термолюминесцентного свечения осуществляют только в пределах диапазона длин волн от 340 до 380 нм. Технический результат – расширение диапазона линейности дозовой зависимости, повышение точности оценки поглощенной дозы  $\beta$ -излучения, расширение области использования способа, расширение арсенала способов определения поглощенной дозы ионизирующего  $\beta$ -излучения в твердотельном термолюминесцентном детекторе.

Изобретение относится к радиационной физике, а именно к способам оценки накопленной дозы ионизирующего  $\beta$ -излучения с использованием твердотельных термолюминесцентных детекторов, и может быть использовано при персональной и клинической дозиметрии, при мониторинге радиационной обстановки в различных условиях.

Регистрацию и измерение поглощенной дозы излучений различных видов осуществляют с использованием твердотельных термолюминесцентных детекторов, изготовленных из различных материалов, таких как фторид лития LiF, фторид кальция CaF<sub>2</sub>, ок-

сид алюминия  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , сульфат кальция  $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$ ; ведутся исследования по созданию радиационно-чувствительных сред на базе веществ разных классов, в частности, широкозонных оксидных материалов ( $\text{BeO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{SiO}_2$ ) [48].

Однако существует потребность в применении твердотельных детекторов, обладающих повышенной тканеэквивалентностью и лучшей пригодностью для использования в персональной дозиметрии, в т. ч. при оценке поглощенной дозы  $\beta$ -излучения при работе с радиоактивными материалами и в космических условиях.

Известен такой материал, как нитрид алюминия  $\text{AlN}$  – широкозонный материал с большой шириной запрещенной зоны [49]. Это термостойкий, кислотоупорный материал, в поликристаллической форме пригодный к применению в высокотемпературных полупроводниковых устройствах.

Вследствие уникального сочетания физических и электрических характеристик: высокой теплопроводности, хороших электроизоляционных свойств, умеренного коэффициента теплового расширения при относительно невысокой стоимости – нитрид алюминия находит применение как конструкционный керамический материал при изготовлении корпусов и подложек интегральных схем, мощных транзисторов, поглотителей и оконечных нагрузок, в т. ч. в космической технике [50].

Изучение спектров отражения и возбуждения синей люминесценции кристаллов  $\text{AlN}$  в области энергий 3–40 эВ показало возможность использования кристаллического нитрида алюминия в оптоэлектронике в качестве светодиодов в ультрафиолетовой области спектра [51].

Сообщается [52], что керамический материал в виде нитрида алюминия, допированного окисью иттрия ( $\text{AlN}-\text{Y}_2\text{O}_3$ ), при облучении ультрафиолетом и определении поглощенной дозы термолюминесцентным способом имеет линейную дозовую зависимость. Обсуждена возможность использования керамического  $\text{AlN}-\text{Y}_2\text{O}_3$  для дозиметрии ультрафиолетового излучения. Однако при этом не было выполнено систематических исследований возможности измерения поглощенной дозы  $\beta$ -излучения. Нитрид алюминия с иттрием обладает пониженной тканеэквивалентностью к излучениям. Указанные результаты, связанные с облучением допированного окисью иттрия керамического нитрида алюминия светом ультра-

фиолетового диапазона, не могут быть приложены к беспримесному нитриду алюминия и к материалам, облученным корпускулярными излучениями, в частности  $\beta$ -излучением.

Известен способ определения поглощенной дозы  $\beta$ -излучения в твердотельном термолюминесцентном детекторе на основе анионодефектного монокристалла оксида алюминия (ТЛД-500К), включающий нагрев указанного детектора со скоростями 0,25–20 К/с в диапазоне температур от 303 до 473 К (30–200 °С) с одновременным измерением в процессе нагрева интенсивности термолюминесцентного свечения в широкой области спектра (от 300 до 800 нм, весь видимый спектр) и последующей оценкой поглощенной дозы по параметрам полученной кривой термовысвечивания: либо по значению светосуммы, либо по интенсивности пика указанной кривой [53].

Недостатком такого способа является наличие нелинейности (сверхлинейности) дозовой зависимости при величинах поглощенной дозы более 0,192–0,32 Гр.

Прототипом предложенного способа является способ определения поглощенной дозы  $\beta$ -излучения в термолюминесцентном детекторе на основе анионодефектного монокристалла оксида алюминия, включающий нагрев указанного детектора от комнатной температуры до 300 °С с одновременным измерением в процессе нагрева интенсивности термолюминесцентного свечения в области видимого спектра, в пределах диапазона длин волн от 500 до 570 нм, и последующей оценкой поглощенной дозы по параметрам полученной кривой термовысвечивания (патент РФ 2378665).

Способ-прототип обеспечивает линейность дозовой зависимости при величинах поглощенной дозы до 1 Гр. Недостатками способа являются ограниченность диапазона линейности дозовой зависимости, снижение точности определения (оценки) поглощенной дозы при значениях, превышающих 1 Гр, и зависимость параметров термолюминесцентных пиков от величины дозы и условий предварительной фототермической обработки материала [55]. Ограничивается область использования способа при повышенных значениях поглощенных доз.

Задачей изобретения является расширение диапазона линейности дозовой зависимости и соответствующее повышение точности оценки поглощенной дозы  $\beta$ -излучения, снижение зависимости

параметров термолюминесцентных пиков от величины дозы и условий предварительной фототермической обработки материала, расширение области использования способа, расширение арсенала способов определения поглощенной дозы ионизирующего  $\beta$ -излучения в твердотельном термолюминесцентном детекторе.

Для решения поставленной задачи способ определения поглощенной дозы ионизирующего  $\beta$ -излучения в твердотельном термолюминесцентном детекторе, включающий нагрев указанного детектора от комнатной температуры с одновременным измерением в процессе нагрева интенсивности термолюминесцентного свечения и последующей оценкой поглощенной дозы по параметрам полученной кривой термовысвечивания, отличается тем, что в качестве твердотельного термолюминесцентного детектора использован монокристаллический нитрид алюминия  $\text{AlN}$ , нагрев детектора ведут до температуры не менее  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ , а измерение интенсивности термолюминесцентного свечения осуществляют только в пределах диапазона длин волн от 340 до 380 нм.

Технический результат изобретения – увеличение верхнего значения линейного диапазона дозовой зависимости до 5 Гр (рис. 72) при измерении поглощенной дозы ионизирующего  $\beta$ -излучения. Это обеспечивается реализацией совокупности отличительных и ограничительных признаков способа, в частности использованием в качестве твердотельного детектора монокристалла нитрида алюминия, проведением нагрева детектора в диапазоне температур от 20 до  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$  и более, измерением интенсивности термолюминесцентного свечения только в пределах диапазона длин волн 340–380 нм. Обеспечивается увеличение верхней границы линейного диапазона дозовой зависимости от 1 до 5 Гр, т. е. в 5 раз в сравнении с прототипом. Снижается зависимость положения максимумов термолюминесцентных пиков от величины дозы. Условия предварительной фототермической обработки материала детектора слабо влияют на его чувствительность.

Предложенный способ расширяет арсенал ранее известных способов измерения поглощенной дозы ионизирующего  $\beta$ -излучения, обеспечивает повышение точности оценки поглощенной дозы в диапазоне доз от  $10^{-5}$  до 5 Гр и расширяет область применения способа в сторону измерений увеличенных значений поглощенной дозы.



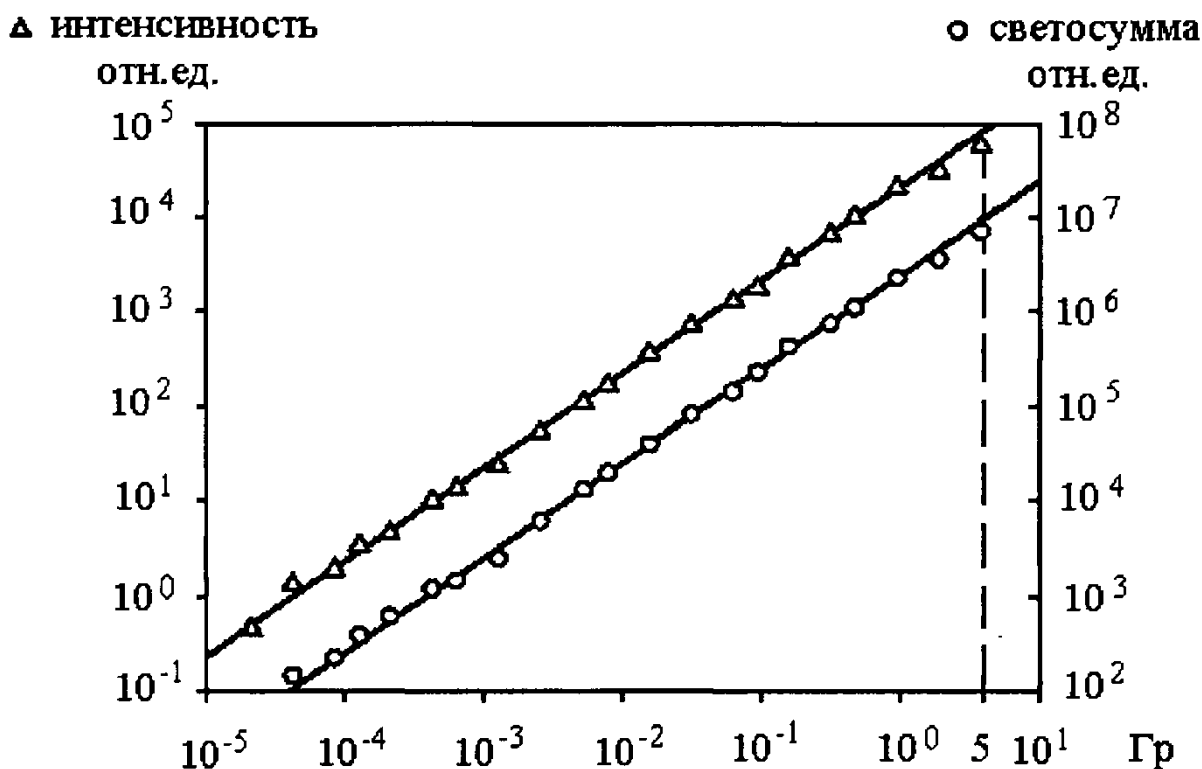


Рис. 72. Дозовые зависимости с линейностью, имеющей место при значениях поглощенной дозы до 5 Гр

При измерении интенсивности термолюминесцентного свечения на длинах волн менее 340 нм существенно снижается верхнее значение линейного диапазона дозовой зависимости. При увеличении длины волны более 380 нм регистрируются составляющие термолюминесцентного свечения детектора, вносящие погрешности в оценку поглощенной дозы и существенно уменьшающие точность такой оценки. Эти составляющие обусловлены неконтролируемыми примесями материала термолюминесцентного детектора, тепловым фоном и влиянием глубоко расположенных ловушек монокристалла нитрида алюминия.

Описанная связь между отличительными признаками предложенного изобретения и новым техническим результатом экспериментально выявлена авторами изобретения.

Изобретение поясняется чертежами (рис. 73, 74).

На рис. 72 изображены полученные для монокристаллического нитрида алюминия способом термостимуляции зависимости интенсивности излучения и светосуммы от поглощенной дозы; по горизонтальной оси отложены значения поглощенной дозы (Гр); по левой вертикальной оси отложены значения интенсивности излу-

чения в относительных единицах (отн. ед.), по правой вертикальной оси – значения светосуммы (отн. ед.).

Устройство для определения поглощенной дозы  $\beta$ -излучения (см. рис. 73) включает твердотельный термолюминесцентный детектор 1 на основе монокристалла нитрида алюминия AlN, блок 2 нагрева указанного детектора 1 и блок 3 регистрации термолюминесцентного свечения этого же детектора 1. Выход 4 блока 3 регистрации термолюминесцентного свечения соединен со входом 5 блока 6 оценки поглощенной дозы. Между упомянутым блоком 3 регистрации и термолюминесцентным детектором 1 на пути распространения свечения 7 этого детектора расположен блок 8 выделения длин волн регистрируемого термолюминесцентного свечения, обозначенный на рис. 74 как фильтр. Блок 8 выделения длин волн регистрируемого термолюминесцентного свечения выполнен с характеристиками, обеспечивающими функцию выделения длин волн только в пределах диапазона от 340 до 380 нм (свечение 9).

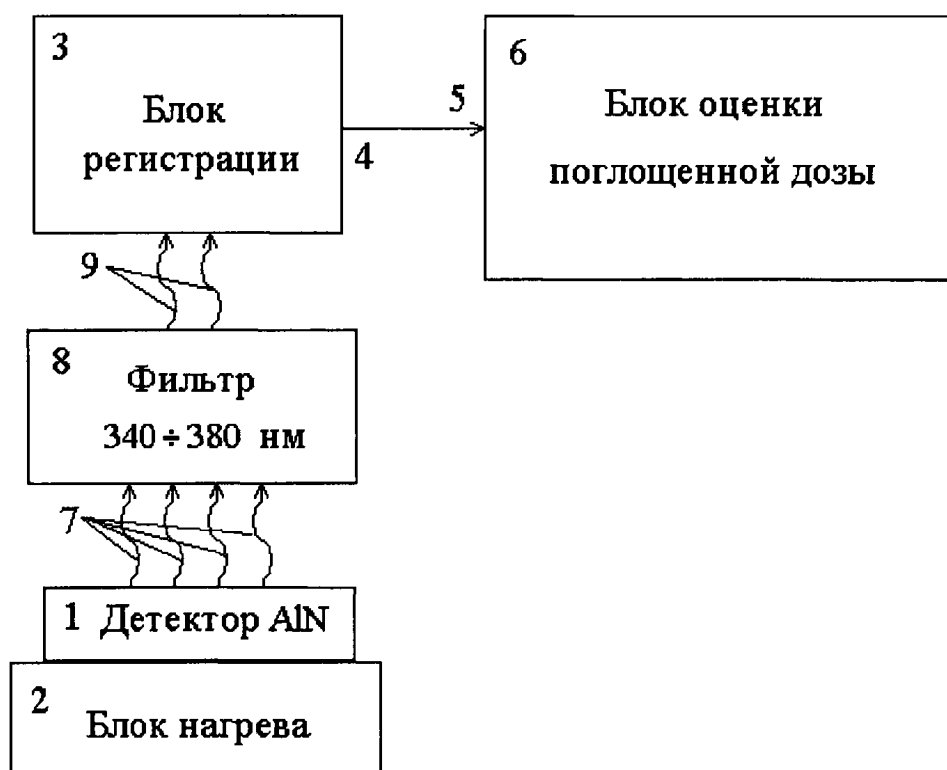


Рис. 73. Блок-схема устройства для определения поглощенной дозы  $\beta$ -излучения в термолюминесцентном детекторе на основе монокристалла нитрида алюминия

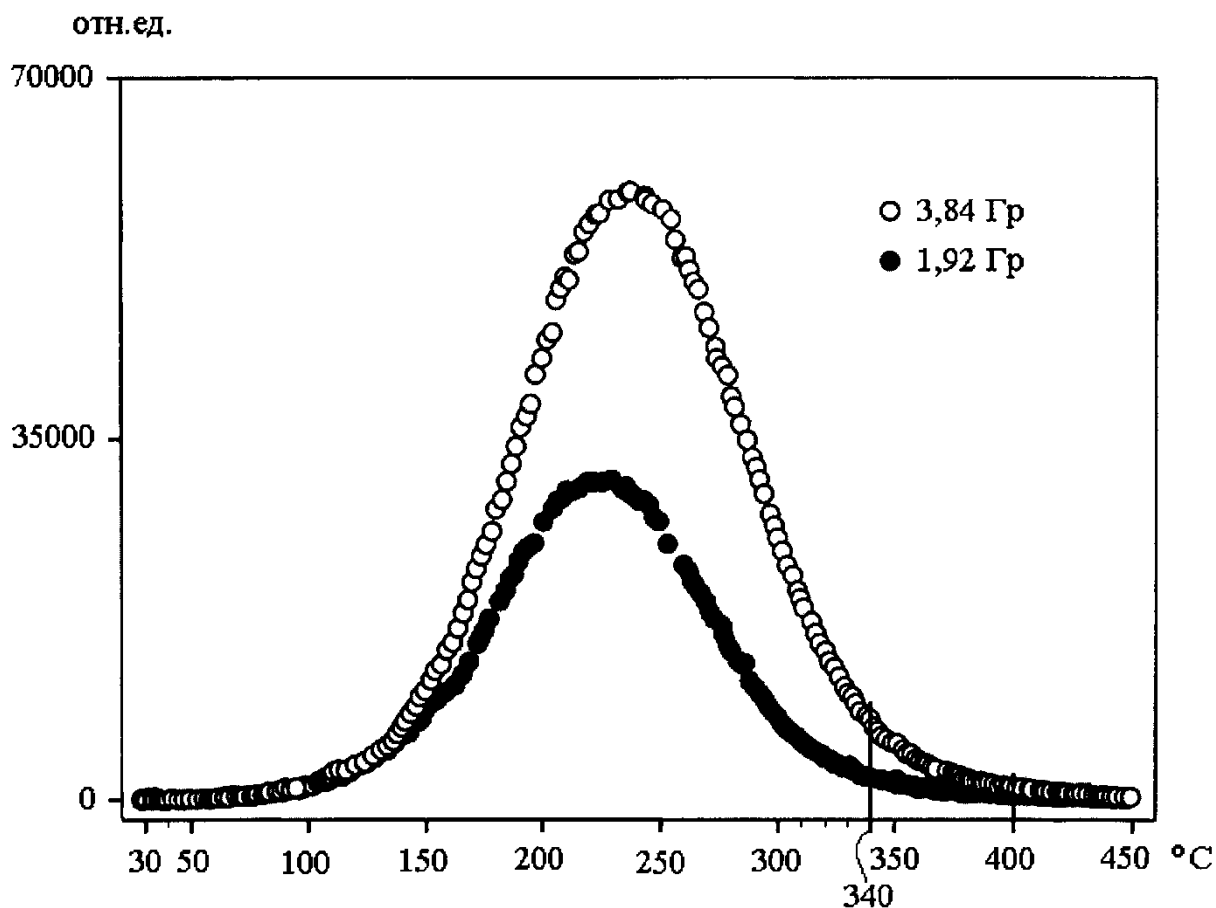


Рис. 74. Зависимости интенсивности термолюминесценции от температуры нагрева при двух значениях поглощенной дозы (1,92 и 3,84 Гр); по горизонтальной оси – значения температуры (°C), по вертикальной оси – значения интенсивности термолюминесценции в относительных единицах

Блок 2 нагрева включает нагревательный столик, на котором размещен детектор 1, и устройство регулировки мощности нагрева (на рисунке не показаны).

Детектор 1 представляет собой образец монокристаллического нитрида алюминия, имеющего вюрцитный тип решетки, удельное сопротивление  $10^{11}$ – $10^{13}$  Ом·см, теплопроводность 3,2 Вт/(см·К), близкие к нитриду галлия значения параметров кристаллической ячейки и коэффициента термического расширения, а также плотность дислокаций менее  $10^3$  см<sup>-2</sup>.

Блок 8 выделения длин волн регистрируемого термолюминесцентного свечения 7 представляет собой фильтр из оптического стекла (например, типа УФС-8), осуществляющий функцию выделения (пропускания через себя) длин волн термолюминесцентного свечения в диапазоне 340–380 нм (свечение 9). В качестве блока 8

может быть использован соответствующий интерференционный фильтр.

Блок 3 регистрации термолюминесцентного свечения 9 представляет собой фотоэлектронный умножитель, например, типа ФЭУ-39А с усилителем и преобразователем сигнала (на рисунке не показаны).

Блок 6 оценки поглощенной дозы представляет собой (на рисунке не показано) микропроцессор или персональный компьютер (ЭВМ) с интерфейсом принятия сигнала от блока 3 регистрации термолюминесцентного свечения детектора 1. Блок 6 осуществляет функции задания значений температуры детектора 1, определения значений интенсивности термолюминесцентного свечения 9 при заданных значениях температуры, построения кривой термовысвечивания (зависимость интенсивности термолюминесцентного свечения 9 от температуры нагрева детектора 1), определения значения светосуммы указанной кривой и оценки поглощенной дозы по полученному значению светосуммы. Оценка поглощенной дозы может быть произведена также по интенсивности пика кривой термовысвечивания.

Для управления нагревом детектора 1 используется блок управления (на рисунке не показан), входы-выходы которого соединены с устройством регулировки мощности блока 2 нагрева и через соответствующий интерфейс – с микропроцессором или персональным компьютером блока 6 оценки поглощенной дозы. Функцию упомянутого блока управления может осуществлять сам указанный микропроцессор (персональный компьютер).

В ЭВМ блока 6 для оценки поглощенной дозы используются программы управления измерительной системой, регистрации кривых термовысвечивания и математические пакеты, в частности Excel или Origin.

Устройство работает, а способ определения поглощенной дозы  $\beta$ -излучения в термолюминесцентном детекторе на основе монокристаллического нитрида алюминия осуществляется следующим образом.

Измеряемый образец 1 (детектор 1 на рис. 73) перед началом измерений имеет комнатную температуру. Общетехническое понятие комнатной температуры включает диапазон температур 20–25 °С, но может использоваться и диапазон от 17 до 30 °С. Для

определения искомого значения поглощенной дозы  $\beta$ -излучения образец 1 при необходимости нагревают до первого выбранного значения температуры, например 25 °С. Первым выбранным значением температуры может быть действующее в помещении значение комнатной температуры. С помощью фильтра 8 из термолюминесцентного свечения 7 этого образца 1 выделяют свечение 9 в ультрафиолетовом диапазоне 340–380 нм. С помощью блоков 3 и 6 определяют интенсивность термолюминесцентного свечения при установленном значении температуры и строят первую точку искомой кривой термовысвечивания. Далее производят линейный нагрев детектора 1 до следующих значений температуры и через установленные периоды времени (например, 1 с) аналогично строят последующие точки искомой кривой термовысвечивания, пока не будет достигнуто предельное значение температуры образца 1, равное 400 °С или более. Нагрев осуществляют со скоростью, выбранной в диапазоне от 0,2 до 10 °С/с. При значениях конечной температуры нагрева, меньших 400 °С, снижается точность оценки поглощенной дозы. Например, при конечном значении температуры 380 °С в расчет не принимается соответствующая часть площади под кривой зависимости интенсивности термолюминесценции от температуры, находящаяся правее значения температуры 340 °С (см. рис. 74).

Данные о времени, прошедшем с начала измерений, температуре образца 1 и интенсивности его термолюминесцентного свечения 9, получаемые при помощи описанного устройства, записывают в файл данных. Файл данных обрабатывают математическим пакетом, например, типа Excel или Origin. По полученной искомой кривой термовысвечивания определяют искомое значение светосуммы или искомое значение интенсивности пика указанной кривой, по которым производят оценку значения поглощенной образцом 1 искомой дозы  $\beta$ -излучения. Для этого измеряемый образец 1, подготовленный к последующему использованию (освобожденный от полученной ранее поглощенной дозы  $\beta$ -излучения), подвергают воздействию известного эталонного значения дозы  $\beta$ -излучения (порядка 0,01–0,05 Гр). Затем вышеописанным способом определяют значение эталонной светосуммы или эталонной интенсивности пика кривой термовысвечивания. Искомое значение по-

глощенной дозы  $\beta$ -излучения образца 1 рассчитывают с помощью блока 6 оценки поглощенной дозы по следующим формулам:

$$D_{\text{иском}} = D_{\text{этал}} \frac{S_{\text{иском}}}{S_{\text{этал}}}$$

или

$$D_{\text{иском}} = D_{\text{этал}} \frac{I_{\text{иском}}}{I_{\text{этал}}},$$

где  $D_{\text{иском}}$  – искомое значение поглощенной дозы  $\beta$ -излучения, Гр;  $D_{\text{этал}}$  – эталонное значение поглощенной дозы  $\beta$ -излучения, устанавливаемое в пределах 0,01–0,05 Гр;  $S_{\text{иском}}$  – искомое значение светосуммы искомой кривой термовысвечивания, отн. ед.;  $S_{\text{этал}}$  – эталонное значение светосуммы эталонной кривой термовысвечивания, отн. ед.;  $I_{\text{иском}}$  – искомое значение интенсивности пика искомой кривой термовысвечивания, отн. ед.;  $I_{\text{этал}}$  – эталонное значение интенсивности пика эталонной кривой термовысвечивания, отн. ед.

В таблице 3 приведены результаты измерений и оценки поглощенной дозы  $\beta$ -излучения способом с использованием в качестве детектора 1 монокристалла нитрида алюминия AlN при трех значениях тестовой поглощенной дозы (0,0016; 0,48 и 3,84 Гр). Эталонное значение поглощенной дозы  $\beta$ -излучения было принято равным 0,03 Гр. Тестовые и эталонные значения поглощенной дозы в указанных образцах устанавливались облучением этих образцов при комнатной температуре  $\beta$ -излучением  $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ -источника с мощностью дозы в месте расположения образца 0,032 Гр/мин. Скорость нагрева образцов составляла 2 °С/с. В качестве результатов применения способов приведены значения погрешностей оценки искомой поглощенной дозы в процентах относительно эталонной поглощенной дозы. Допустимая относительная погрешность оценки искомой поглощенной дозы равна 15 % (ГОСТ 8.035-82 ГСИ. Государственный первичный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений поглощенной дозы и мощности поглощенной дозы бета-излучения).

Ниже описаны пронумерованные согласно строкам таблицы (сверху вниз) примеры 1, 2, 3 осуществления предложенного способа определения поглощенной дозы ионизирующего  $\beta$ -излучения

в твердотельном термолюминесцентном детекторе на основе нитрида алюминия. Суммарная погрешность оценки в табл. 3 определяется как корень из суммы квадратов погрешностей по светосумме и интенсивности, также представленных в табл. 3.

Таблица 3

Результаты измерений и оценки поглощенной дозы  $\beta$ -излучения

Поглощенная доза облучения, Гр	Конечная температура нагрева, °С	Относительная погрешность оценки, %		
		по светосумме	по интенсивности	суммарная погрешность
0,0016	420	2,5	0,2	2,5
0,4800	400	3,0	10,0	10,4
3,84	420	3,8	8,4	9,2

*Пример 1.* Поглощенную дозу ионизирующего  $\beta$ -излучения в твердотельном термолюминесцентном детекторе 1 на основе монокристаллического нитрида алюминия AlN определяют путем нагрева облученного детектора 1 со скоростью 2 °С/с, начиная с комнатной температуры (25 °С) и заканчивая температурой 420 °С. Измерение интенсивности термолюминесцентного свечения осуществляют только в пределах диапазона длин волн от 340 до 380 нм, при значении искомой поглощенной дозы облученного детектора 1, равной 0,0016 Гр. В результате суммарная погрешность оценки искомой поглощенной дозы составляет 2,5 %, т. е. является допустимой (менее 15 %).

*Пример 2.* Поглощенную дозу ионизирующего  $\beta$ -излучения в твердотельном термолюминесцентном детекторе 1 на основе монокристаллического нитрида алюминия AlN определяют так же, как в примере 1, за исключением нагрева детектора 1 до температуры 400 °С, при значении искомой поглощенной дозы облученного детектора 1, равной 0,48 Гр. Суммарная погрешность оценки поглощенной дозы составляет 10,4 %, что является допустимым.

*Пример 3.* Поглощенную дозу ионизирующего  $\beta$ -излучения в твердотельном термолюминесцентном детекторе 1 на основе монокристаллического нитрида алюминия AlN определяют так же, как в примере 1, при значении искомой поглощенной дозы облученного детектора 1, равной 3,84 Гр. Суммарная погрешность оценки искомой поглощенной дозы составляет 9,2 % и является допустимой.

### *Формула изобретения*

Способ определения поглощенной дозы ионизирующего  $\beta$ -излучения в твердотельном термолюминесцентном детекторе, включающий нагрев указанного детектора от комнатной температуры с одновременным измерением в процессе нагрева интенсивности термолюминесцентного свечения и последующей оценкой поглощенной дозы по параметрам полученной кривой термовысвечивания, отличается тем, что в качестве твердотельного термолюминесцентного детектора использован монокристаллический нитрид алюминия AlN, нагрев детектора ведут до температуры не менее 400 °С, а измерение интенсивности термолюминесцентного свечения осуществляют только в пределах диапазона длин волн от 340 до 380 нм.



## **Пат. 98826 РФ на полезную модель. Сцинтилляционный детектор**

А. В. Ищенко, Б. В. Шульгин, В. Л. Петров, А. Н. Черепанов, В. И. Арбузов, В. Ю. Иванов, А. Ю. Дерстуганов. Заявл. 30.03.2010, опубл. 27.10.2010. Бюл. №30.

### *Реферат*

Использование: для одновременной регистрации  $\gamma$ -излучения и нейтронов в системах радиационного мониторинга территорий и объектов, для индивидуальной дозиметрии. Сущность: детектор включает в себя изготовленные из разных сцинтилляционных материалов полусферические сцинтилляторы в качестве двух независимых регистраторов излучений, первый из которых чувствителен к  $\gamma$ -излучению, а второй к нейтронному излучению, причем первый регистратор сопряжен с первым PIN фотодиодом и подключен через первый кабель связи к первому модулю блока регистрации сигналов, а второй регистратор сопряжен со вторым PIN-фотодиодом и подключен через второй кабель связи ко второму модулю блока регистрации сигналов. Технический результат: одновременная регистрации  $\gamma$ -излучения в счетном и спектрометрическом режимах и нейтронного излучения в счетном режиме.

### *Описание полезной модели*

Полезная модель относится к детекторным устройствам для регистрации  $\gamma$ - и нейтронного излучений и может быть использована для обнаружения источников нейтронов, радиоактивных веществ и делящихся материалов в системах радиационного мониторинга местностей и морских акваторий, в системах индивидуальной дозиметрии, в системах таможенного радиационного контроля трансграничных переходов.

Известен сцинтилляционный детектор  $\gamma$ -излучения [55], в котором в качестве фотоприемника используют фотоэлектронный умножитель (ФЭУ), а в качестве сцинтиллятора используют кристалл CsI:Tl в форме цилиндра. Кристалл CsI:Tl имеет плотность 4,51 г/см<sup>3</sup>, световыход сцинтилляций до 0,45 относительного такового для NaI:Tl, максимум свечения при 565 нм, длительность сцинтиллимпульса 450 нс. Однако недостатками такого сцинтилляционного детектора являются невысокий уровень светосбора сцин-

тилляций из-за цилиндрической формы кристалла, а также большие габариты и вес ФЭУ, и высоковольтное питание для ФЭУ. Кроме того, известный сцинтилляционный детектор не может наряду с  $\gamma$ -излучением одновременно регистрировать нейтронное излучение.

Известен сцинтилляционный детектор  $\gamma$ -излучения (пат. 3382368 США), включающий сцинтиллятор  $\text{BaF}_2$  (плотность  $4,88 \text{ г/см}^3$ ) и фотоэлектронный умножитель. Детектор имеет малую длительность сцинтилляций (менее 50 нс). Однако сцинтилляционный кристалл  $\text{BaF}_2$  из-за цилиндрической формы имеет невысокий уровень светосбора сцинтилляций. Кроме того, максимум спектра свечения  $\text{BaF}_2$  лежит в ультрафиолетовой области спектра,  $\lambda = 220 \text{ нм}$ , т. е. кристалл  $\text{BaF}_2$  не пригоден при работе детектора в режиме фотодиодной регистрации из-за нечувствительности PIN-фотодиодов к ультрафиолетовому свету. Недостатком известного сцинтилляционного детектора на основе  $\text{BaF}_2$  является также то, что используемый в нем в качестве фотоприемника ФЭУ имеет большие размеры и вес и требует высоковольтного питания, что увеличивает габариты, вес и стоимость детектора в целом. К недостаткам известного сцинтилляционного детектора относится также то, что он не может одновременно регистрировать нейтронное и  $\gamma$ -излучение.

Известен сцинтилляционный детектор (патент 3398278 США) быстрых нейтронов, включающий замедлитель из полиэтилена, сцинтиллятор  $\text{ZnS:Ag}$  и ФЭУ. Сцинтиллятор [56] имеет световыход, в 2 раза превышающий световыход  $\text{NaI:Tl}$ , максимум спектра излучения сцинтиллятора расположен при 450 нм. Однако такой детектор имеет большую длительность сцинтилляций  $\sim 1\text{--}2 \text{ мкс}$ , не обеспечивает высокой загрузочной способности, имеет большие габариты и вес фотоприемника (ФЭУ) и не способен одновременно эффективно регистрировать нейтронное и  $\gamma$ -излучение.

Известен сцинтилляционный детектор [57–59], включающий сцинтиллятор  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  и фотодиод, используемый, в частности, в экспериментах в Европейском ядерном центре (ЦЕРН) на ускорителях коллайдерного типа. Детектор имеет световыход сцинтилляций на уровне 0,1 относительно такового для  $\text{NaI:Tl}$  и длительность свечения  $\tau = 300 \text{ мкс}$ . Недостатком такого сцинтилляционно-

го детектора является невозможность одновременной регистрации  $\gamma$ -излучения и нейтронов.

Известен сцинтилляционный детектор фирмы «SCIONIX Holland» [60] с фотодиодной регистрацией, содержащий сцинтиллятор, фотодиод и блок обработки сигналов, пригодный для обнаружения рентгеновского (более 60 кэВ) и  $\gamma$ -излучения. Кристалл имеет форму цилиндра с размерами: диаметр – 40 мм, высота – 50 или 70 мм. В детекторе используют кристалл CsI:Tl  $10 \times 10 \times 10$  мм<sup>3</sup>, максимум спектра люминесценции которого расположен при 565 нм, и кремниевый PIN-фотодиод. Однако известный сцинтилляционный детектор с фотодиодной регистрацией не пригоден для одновременной регистрации  $\gamma$ -излучения и нейтронов.

Из всех известных сцинтилляционных детекторов  $\gamma$ - и нейтронного излучений наиболее близким к заявляемому является устройство (Пат. 2297015 РФ, МПК G01T 1/20 G01T 3/06. Сцинтилляционный детектор / Шульгин Б. В., Иванов В. Ю., Королева Т. С., Коссе А. И., Петров В. Л., Райков Д. В., Черепанов А. Н., Чудиновских А. А. Заявл. 08.02.2006; опубл. 10.04.2007, Бюл. №10). Известное устройство содержит размещенный в едином корпусе сцинтиллятор, регистрирующий либо  $\gamma$ -излучение, либо нейтронное излучение, PIN-фотодиод, кабельный канал и блок обработки сигналов. Причем сцинтиллятор выполнен в форме шара, состоящего из двух полусфер, находящихся друг с другом в оптическом контакте, а сцинтилляционный детектор дополнительно содержит отражающее покрытие в виде пленки, прилегающей к поверхности полусфер, и второй PIN-фотодиод, установленный к первому PIN-фотодиоду «спина к спине» в центре шарового сцинтиллятора, в котором выполнены полости для размещения PIN-фотодиодов и кабельный канал вывода их электрических контактов к блоку обработки сигналов. Устройство допускает использованием PIN-фотодиодов полусферической и сферической формы.

Однако известное устройство работает либо в режиме регистрации  $\gamma$ -излучения, либо в режиме регистрации нейтронов. В первом случае регистрации  $\gamma$ -излучения используют один из сцинтилляторов CsI:Tl,  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  (BGO) или  $\text{Lu}_2\text{SiO}_5\text{:Ce}$ , который изготовлен в виде двух полусфер с небольшой полостью точно в центре полусфер и узким кабельным каналом для вывода и передачи сигналов с PIN-фотодиодов на блок обработки сигналов. Две полу-

сферы, образующие шаровой сцинтиллятор, имеют между собой оптический контакт. В случае режима регистрации нейтронов используется аналогичное устройство, но в качестве сцинтилляционного кристалла в виде двух полусфер используют кристалл стибьена. Таким образом, известный сцинтилляционный детектор не пригоден для одновременной регистрации нейтронного и  $\gamma$ -излучения.

Задачей настоящего изобретения является разработка сцинтилляционного детектора с фотодиодной регистрацией пригодного для одновременной регистрации нейтронного и  $\gamma$ -излучения. Эта задача решается за счет того, что сцинтилляционный детектор содержит сцинтиллятор, выполненный в форме шара и состоящий из двух полусфер. Причем полусферические сцинтилляторы изготавливают из разных материалов, один из которых чувствителен только к  $\gamma$ -излучению, а другой только к нейтронному излучению. Регистрацию  $\gamma$ -сцинтилляций и сцинтилляций, вызванных нейтронами, осуществляют раздельно PIN-фотодиодами с помощью блока обработки сигналов, состоящего из двух модулей, один из которых обрабатывает сигналы от полусферического  $\gamma$ -сцинтиллятора, а второй от полусферического нейтронного сцинтиллятора.

На рис. 75 представлена схема сцинтилляционного детектора с плоскими PIN-фотодиодами. Заявляемое устройство содержит сцинтиллятор в форме шара, состоящий из полусферического  $\gamma$ -сцинтиллятора 1 и полусферического нейтронного сцинтиллятора 2, отражающее покрытие 3 в виде пленки, нанесенной на поверхность полусфер 1 и 2, два плоских PIN-фотодиода 4 и 5, установленные в полости 6 в центре полусфер 1 и 2, которые через канал 7 при помощи кабеля 8 соединены с блоками обработки сигналов 9 и 10, помещенных в единый корпус 11.

#### *Формула полезной модели*

Сцинтилляционный детектор включает размещенные в едином корпусе сцинтиллятор, выполненный в форме шара, состоящий из двух полусфер, PIN-фотодиоды, кабельный канал и блок обработки сигналов, отличающийся тем, что полусферические сцинтилляторы изготавливают из разных материалов, один из которых чувствителен к  $\gamma$ -излучению, а другой к нейтронному излучению. Причем блок обработки сигналов состоит из двух модулей, один из которых обрабатывает сигналы от полусферического

$\gamma$ -сцинтиллятора, а второй от полусферического нейтронного сцинтиллятора.

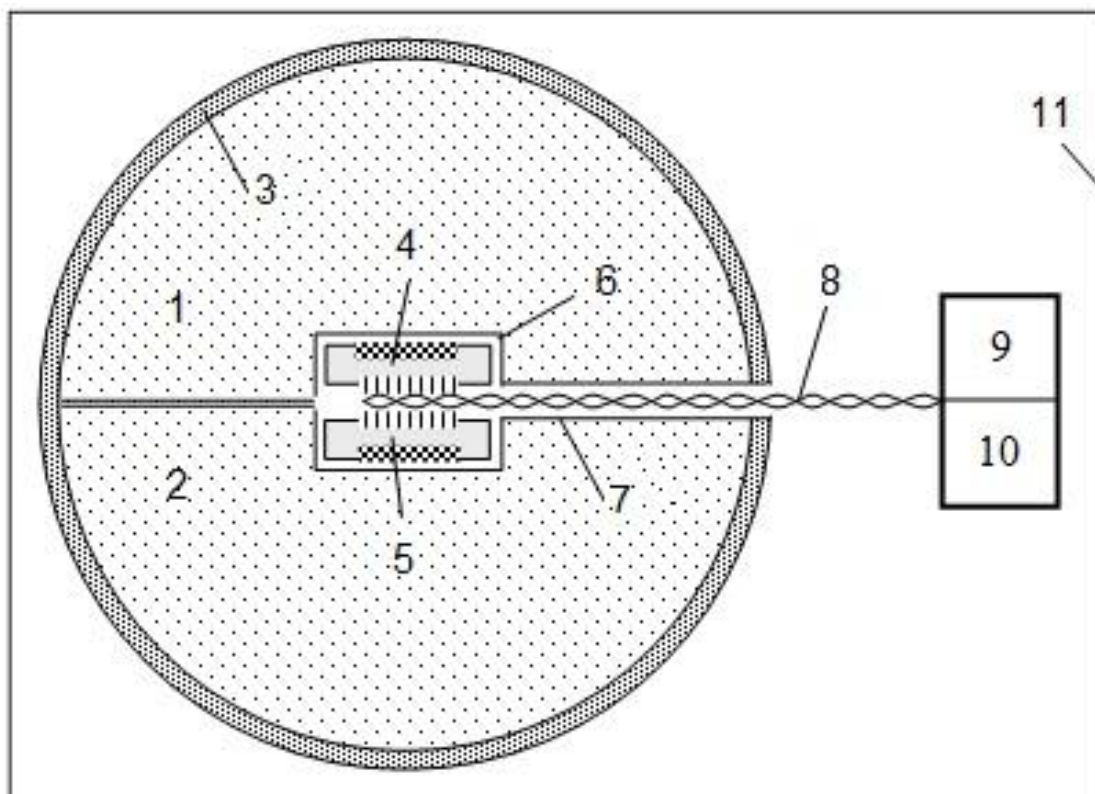


Рис. 75. Блок-схема сцинтилляционного детектора с плоскими PIN-фотодиодами

## **Заявка 2010107507 РФ. Сцинтилляционный детектор для регистрации тепловых нейтронов**

Б. В. Шульгин, В. И. Арбузов, К. В. Дукельский, А. В. Хохлов, В. С. Шевандин, В. Ю. Иванов, А. Н. Черепанов, И. И. Мильман.  
Заявл. 01.03.2010.

### *Реферат*

Применение: для регистрации интенсивных потоков тепловых нейтронов.

Суть изобретения: сцинтилляционный детектор для регистрации тепловых нейтронов содержит сцинтилляционный датчик на основе  ${}^6\text{Li}$ -содержащего силикатного стекла, активированного церием и чувствительного к тепловым нейтронам, фотоэлектронный умножитель и блок обработки сигналов. При чем сцинтилляционный датчик выполнен в виде набора из активированных церием  ${}^6\text{Li}$ -стекловолокон круглого или квадратного сечения с внешним размером волокна 0,2–2 мм и длиной до 0,5–1 м, собранных в пучок с пластмассовой крепежной оболочкой, а между сцинтилляционным датчиком и фотоэлектронным умножителем, сочетанным с блоком обработки сигналов, дополнительно установлен кварцевый волоконный световод.

Технический результат: возможность регистрации интенсивных потоков тепловых нейтронов в каналах ядерных реакторов.

### *Описание изобретения*

Заявляемое устройство относится к области детектирования тепловых нейтронов. Оно пригодно для применения в дозиметрических устройствах радиологического контроля при определении плотности потока тепловых нейтронов от нейтронных источников различного типа, особо для определения плотности потоков тепловых нейтронов в горизонтальных каналах исследовательских ядерных реакторов вблизи активной зоны и на разных глубинах каналов в биологической защите реактора, когда фотоприемное устройство и блок обработки информации должны быть вынесены за пределы зоны с повышенной радиацией и удалены от сцинтилляционного датчика на значительное расстояние (до нескольких метров).

Известен сцинтилляционный детектор нейтронов СПС-Т4А [60]. Датчик детектора представляет собой пластмассовый сцин-

тилляционный детектор СПС-Т4А, предназначенный для регистрации быстрых нейтронов. Детектор имеет следующие характеристики: длительность сцинтимпульса, создаваемого нейтронами, – 8,5 нс; световой выход (УЕСВ по ГОСТ 23077-78) при возбуждении электронами с энергией 662 кэВ – 0,29; максимум спектра люминесценции – 490 нм, диаметр и высота – до 50 мм. Однако такой детектор не пригоден для регистрации тепловых нейтронов. Кроме того, поскольку длина сцинтиллятора не превышает 5–10 см, сочетание с ним фотоприемное устройство в виде фотоэлектронного умножителя (ФЭУ) при работе в каналах ядерного реактора с высокими плотностями потоков нейтронов может выйти из строя.

Известен световолоконный сцинтилляционный детектор (патент РФ 2248011, МПК G02B 6/02, G02B 6/16, G01T 1/20, G01T 3/06) рентгеновского излучения, в котором в качестве сцинтиллятора используются волокна на основе галогенидов серебра AgCl–AgBr–AgI. Регистрирующая часть этих волокон содержит активирующую добавку (ионы Tl, либо Cr, либо Eu, либо Ce в количестве 0,01–0,001 мас. %), а передающая часть волокон выполнена без активирующих добавок. Рентгеновское излучение, попадая в регистрирующую часть волокон детектора, вызывает в них появление сцинтилляций с длиной волны ~400 нм и длительностью 20 нс, что обеспечивает визуализацию рентгеновского излучения. Возникающие световые вспышки через передающую часть волокон детектора поступают практически без потерь в удаленное от источника излучения фотоприемное устройство с блоком электронной обработки сигналов. Однако известный световолоконный сцинтилляционный детектор не пригоден для регистрации тепловых нейтронов, поскольку не содержит нейтронного сенсорного датчика.

Известен сцинтилляционный детектор для регистрации ионизирующего излучения (патент 2088952 РФ, МПК G01T 1/20, 3/06), состоящий из датчика-сцинтиблока и блока электронной обработки сигналов. В состав датчика-сцинтиблока входят последовательно соединенные сцинтилляционный кристалл  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ , чувствительный к протонному, рентгеновскому, а также к  $\alpha$ -,  $\beta$ -,  $\gamma$ -излучениям, и массивный короткий световод, изготовленный из органического сцинтиллирующего вещества на основе стильбена или пластмассы  $(\text{CH})_n$ , чувствительного к быстрым нейтронам, а также фотоэлектронный умножитель, преобразующий световые вспышки (сцин-

тиллюции) в электрические сигналы. Блок электронной обработки сигналов включает в себя схему временной селекции сцинтимпульсов, поступающих в него как от  $\alpha$ -,  $\beta$ -,  $\gamma$ -сцинтилляций  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  (длительностью 300 нс), так и от сцинтиллирующего под действием быстрых нейтронов световода (с длительностью сцинтилляций 5–7 нс). Однако данный детектор, будучи чувствительным к быстрым нейтронам, не чувствителен к тепловым нейтронам и не пригоден для их регистрации.

Известен световолоконный сцинтилляционный детектор (патент 2262722 РФ, МПК G01T 5/0), содержащий сенсорный датчик регистрации рентгеновского,  $\gamma$ - и других ядерных излучений в виде набора сцинтиллирующих волокон  $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  (BGO) и фотоприемное устройство, находящиеся в оптическом контакте друг с другом. Детектор предназначен для визуализации траектории и пространственного распределения высокоэнергетических частиц. Однако данный детектор не пригоден для регистрации тепловых нейтронов в каналах ядерных реакторов, поскольку не содержит нейтронного сенсорного датчика.

Известен сцинтилляционный детектор нейтронов на основе пластика и  $^6\text{Li}$ -силикатного стекла (патент 2143711 РФ, МПК G01T 1/20 3/00). Известный детектор содержит датчик-сцинтиблок и блок электронной обработки сигналов. В состав датчика-сцинтиблока входят помещенные в единый корпус три параллельно-последовательно соединенных сцинтиллятора: входной нейтронный сцинтиллятор, выполненный из чувствительного к быстрым нейтронам органического водородосодержащего вещества на основе пластмассы  $(\text{CH})_n$  или стильбена (сцинтиллятор с колодцем), играющий одновременно роль входного замедлителя быстрых нейтронов до тепловых энергий; размещенный в колодце входного сцинтиллятора сцинтилляционный кристалл  $\text{NaI:Tl}$  в стандартном контейнере, чувствительный к  $\gamma$ -излучению; чувствительный к тепловым нейтронам внутренний сцинтиллятор на основе активированного церием  $^6\text{Li}$ -силикатного стекла и фотозлектронный умножитель. Блок электронной обработки сигналов включает схему временной селекции сцинтимпульсов от двух нейтронно-чувствительных сцинтилляторов и от  $\gamma$ -чувствительного сцинтиллятора, а также спектрометрический анализатор для обработки сцинтимпульсов от кристалла  $\text{NaI:Tl}$ .



Однако известный сцинтилляционный детектор, будучи чувствительным к тепловым нейтронам, не пригоден для работы в каналах ядерного реактора с высокими плотностями потока нейтронов, поскольку функционирование фотоприемного устройства (ФЭУ) будет нарушено вследствие радиационного воздействия нейтронов. Кроме того, известное сцинтилляционное устройство имеет еще один существенный недостаток, связанный с пониженной стойкостью сцинтиблока к ударным нагрузкам, так как кристалл NaI:Tl отличается высокой гигроскопичностью.

Известен сцинтилляционный детектор нейтронов (патент 2272301 РФ, МПК G01T 1/00, 1/20, 3/06), состоящий из датчика, включающего в себя входной замедлитель нейтронов из водородосодержащего вещества, внутренний дискообразный сцинтиллятор из активированного церием  $^6\text{Li}$ -силикатного стекла, находящийся в оптическом контакте с входным окном фотоэлектронного умножителя, и блока электронной обработки сигналов. Особенностью данного технического решения является то, что в датчике за входным замедлителем нейтронов, выполненным в форме цилиндра с конусообразной полостью, расположены покрытый светоотражающей пленкой дополнительный входной сцинтиллятор из активированного церием  $^6\text{Li}$ -силикатного стекла в форме полого конуса, дополнительный конусообразный замедлитель нейтронов и внутренний дискообразный сцинтиллятор из активированного церием  $^6\text{Li}$ -силикатного стекла, при этом дополнительный входной сцинтиллятор в форме полого конуса расположен внутри входного замедлителя. Недостатком известного сцинтилляционного детектора тепловых нейтронов является то, что данная конструкция не пригодна для измерения больших потоков нейтронного излучения в каналах ядерного реактора в связи с тем, что при таких измерениях датчик-сцинтиблок целиком оказывается в зоне больших плотностей потоков нейтронов, которые не только создают полезные с точки зрения регистрации излучения сцинтилляционные вспышки в дискообразном сцинтилляторе из активированного церием  $^6\text{Li}$ -силикатного стекла, но и вносят неустранимые помехи в работу фотоэлектронного умножителя, который находится в непосредственной близости к сцинтиллятору.

Известен сцинтилляционный детектор, разработанный фирмой «Мицубиси» (патент США 5434 415, МПК G 01T 1/20, 1/203 от

18.07.1995), содержащий сцинтиллятор NaI:Tl, люминесцентный волоконный световод-смеситель спектра и фотоприемное устройство. Однако известный сцинтилляционный детектор, располагаемый и предназначенный для работы в водном замедлителе-поглотителе ядерного реактора как вблизи активной зоны реактора, так и на удалении от нее на несколько метров, пригоден для регистрации только  $\gamma$ -излучения, он не пригоден для регистрации тепловых нейтронов, поскольку не содержит нейтронного сенсорного датчика.

Наиболее близким к заявляемому детектору является сцинтилляционный детектор быстрых и тепловых нейтронов (патент 2259573 РФ, МПК G01T 1/00, 1/20, 3/06). Известный детектор состоит из сцинтилляционного датчика, фотоэлектронного умножителя и блока электронной обработки сигналов. Сцинтилляционный датчик состоит из двух размещенных в едином корпусе пластикового и стеклянного сцинтилляторов, выполненных в виде пластин с плоскопараллельными соприкасающимися гранями, находящимися в оптическом контакте друг с другом и с фотоэлектронным умножителем. Пластиковый сцинтиллятор изготовлен в виде клина из органического водородосодержащего вещества, избирательно чувствительного к быстрым нейтронам, которые за счет протонов отдачи вызывают в нем световые вспышки, и служит для регистрации быстрых нейтронов. Стеклянный сцинтиллятор на основе  ${}^6\text{Li}$ -силикатного стекла предназначен для регистрации тепловых нейтронов. Оба сцинтиллятора снабжены световозвращающей пленкой и образуют единый сцинтилляционный датчик, оборудованный свинцовым коллиматором, размещенным вместе с датчиком в полиэтиленовом пенале-накопителе тепловых нейтронов. Фотоэлектронный умножитель, устанавливаемый с торца пластикового сцинтиллятора, сигналы с которого поступают на блок электронной обработки сигналов, обеспечивает подсчет числа импульсов, вызванных сцинтилляциями, возникающими в обоих сцинтилляторах. Недостатком известного сцинтилляционного детектора быстрых и тепловых нейтронов является то, что он не пригоден для измерения больших потоков нейтронного излучения в каналах ядерного реактора из-за помех, вносимых нейтронным излучением в работу ФЭУ, входящего в состав детектора, и невозможности

предохранить ФЭУ от этого влияния без потери эффективности регистрации нейтронного излучения детектором в целом.

Задачей изобретения является разработка сцинтилляционного детектора для регистрации тепловых нейтронов, пригодного для работы в нейтронных радиационных полях не только с низкими, но и с высокими плотностями потоков нейтронов (до  $10^{12}$ – $10^{13}$  см<sup>-2</sup>·с<sup>-1</sup>), характерными для ядерных реакторов.

Задача решается за счет того, что сцинтилляционный детектор для регистрации тепловых нейтронов содержит сцинтилляционный датчик на основе чувствительного к тепловым нейтронам сцинтиллирующего <sup>6</sup>Li-содержащего силикатного стекла, активированного церием, фотоэлектронный умножитель и блок обработки сигналов. Причем сцинтилляционный датчик выполнен в виде набора сцинтиллирующих <sup>6</sup>Li-стекловолокон круглого или квадратного сечения с внешним размером волокна 0,2–2 мм и длиной до 0,5–1 м, собранных в пучок с пластмассовой крепежной оболочкой, а между сцинтилляционным датчиком и фотоэлектронным умножителем с помощью двух оптических фитингов дополнительно установлен волоконный световод из кварцевого стекла длиной до нескольких метров, который обеспечивает передачу сцинтилляционных вспышек от <sup>6</sup>Li-стекловолокон к ФЭУ и позволяет разместить ФЭУ вдали от источника нейтронов (активной зоны ядерного реактора), тем самым предотвращая радиационное повреждение/поражение фотоприемного устройства от воздействия интенсивных потоков нейтронов.

Схема предлагаемого устройства представлена на рис. 76.

Предлагаемое устройство содержит сцинтилляционный датчик, который представляет собой чувствительный к тепловым нейтронам набор сцинтиллирующих <sup>6</sup>Li-содержащих активированных церием стекловолокон круглого или квадратного сечения с внешним размером волокна 0,2–2 мм и длиной до 0,5–1 м, собранных в пучок 1 с пластмассовой крепежной оболочкой, размещенный в непрозрачном металлическом корпусе 2, причем входные торцы <sup>6</sup>Li-стекловолокон имеют светоотражающее покрытие. Сцинтилляционный датчик через фиттинг 3 с оптическим контактом соединен с кварцевым волоконным световодом 4 длиной до нескольких метров, который через фиттинг 5 с оптическим контактом соединен с фотоэлектронным умножителем 6. Фотоэлектрон-

ный умножитель 6 находится в электрическом контакте с блоком электронной обработки сигналов 7.

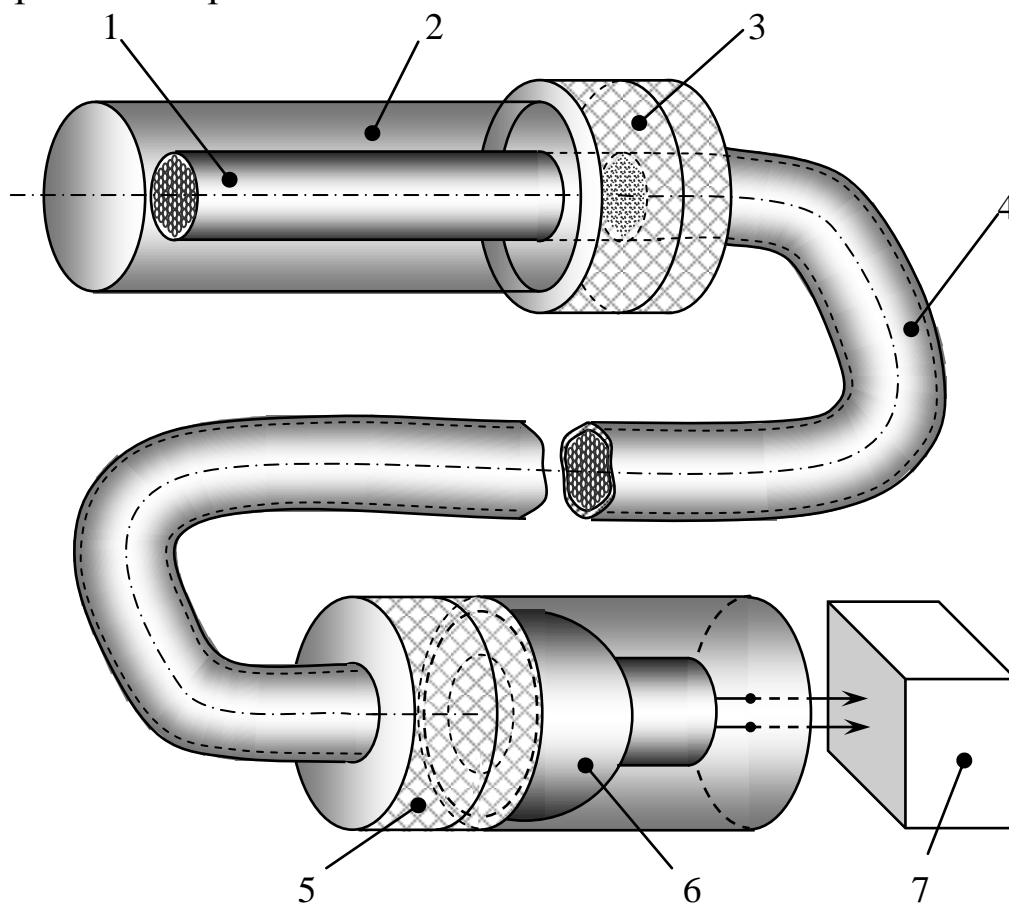


Рис. 76. Блок-схема сцинтилляционного датчика

Предлагаемое устройство работает следующим образом. Сцинтилляционный датчик размещают в поле регистрируемого излучения – в потоке тепловых нейтронов (например, вблизи активной зоны ядерного реактора). Тепловые нейтроны практически без потерь проходят через корпус 2 сцинтилляционного датчика и попадают на чувствительный к тепловым нейтронам пучок 1 сцинтиллирующих  ${}^6\text{Li}$ -содержащих стекловолокон, активированных церием, круглого или квадратного сечения. Тепловые нейтроны взаимодействуют по реакции  ${}^6\text{Li}(n, \alpha){}^3\text{H}$  с ядрами  ${}^6\text{Li}$ , входящими в состав стекловолокон, с образованием быстрых  $\alpha$ -частицы и ядер трития, которые в свою очередь вызывают сцинтилляционные световые вспышки, обусловленные центрами свечения – ионами церия, входящими в состав стекловолокон. Эти сцинтилляционные вспышки, возникающие в пучке 1 стекловолокон, поступают через оптический контакт фиттинга 3 в кварцевый волоконный световод

4 длиной до нескольких метров, а затем через оптический контакт фиттинга 5 на фотоэлектронный умножитель 6, где происходит их регистрация. Сигналы с ФЭУ 6 поступают в блок электронной обработки сигналов 7 для окончательного анализа. За счет большой длины (до нескольких метров) кварцевого волоконного световода 4 фотоэлектронный умножитель 6 и блок электронной обработки сигналов 7 выносятся далеко за пределы поля регистрируемого излучения – интенсивного потока тепловых нейтронов и располагаются за пределами активной зоны ядерного реактора, что предохраняет ФЭУ от влияния интенсивного потока излучения без заметной потери эффективности регистрации нейтронного излучения детектором в целом.

Корпус 2 сцинтилляционного датчика дополнительно защищает пучок 1 сцинтиллирующих световолокон от внешнего света (в частности, от черенковского излучения), а также от рентгеновского и  $\gamma$ -излучений, обычно сопутствующих нейтронным потокам в ядерных реакторах, что повышает избирательность регистрации тепловых нейтронов с помощью предлагаемого детектора. Наличие светоотражающего покрытия на входных торцах сцинтиллирующих  ${}^6\text{Li}$ -стекловолокон уменьшает потери света в датчике и увеличивает эффективность регистрации тепловых нейтронов.

Волокна с квадратным сечением обеспечивают более плотную упаковку сцинтиллирующих стекловолокон в пучке сцинтидатчика и соответственно более высокую (на 5–8 %), эффективность регистрации тепловых нейтронов, что, однако, не является существенным преимуществом таких волокон.

${}^6\text{Li}$ -Стекловолоконна с наружным размером 0,2–2 мм обеспечивают минимальные потери света и необходимую гибкость сцинтилляционного датчика из пучка волокон длиной до 1 м. Сцинтилляционные волокна сцинтилляционного датчика длиной более 1 м увеличивают светопоглощение в сцинтилляционном датчике и на 30 % и более снижают эффективность сцинтилляционного детектора. Диаметр сцинтилляционных стекловолокон 0,1 мм и менее технологически и экономически не оправдан. При диаметре волокон 5 мм и более наступает заметное поглощение света в материале сцинтиллятора и допустимая рабочая длина волоконного сцинтилляционного датчика уменьшается до 0,3–0,45 м, что на 30–50 % и

более снижает эффективность сцинтилляционного детектора тепловых нейтронов.

#### *Формула изобретения*

Сцинтилляционный детектор для регистрации тепловых нейтронов, содержащий сцинтилляционный датчик на базе чувствительного к тепловым нейтронам  ${}^6\text{Li}$ -содержащего силикатного стекла, активированного церием, фотоэлектронный умножитель и блок электронной обработки сигналов, отличается тем, что сцинтилляционный датчик выполнен в виде набора  ${}^6\text{Li}$ -содержащих активированных церием стекловолокон круглого или квадратного сечения с внешним размером волокна 0,2–2 мм и длиной до 0,5–1 м, собранных в пучок с пластмассовой крепежной оболочкой, а между сцинтилляционным датчиком и фотоэлектронным умножителем, сочетанным с блоком электронной обработки сигналов, дополнительно установлен кварцевый волоконный световод.

**Заявка 2010123257 РФ. Зонд для сканирующей микроскопии**

М. А. Мельников, С. В. Кортон, В. В. Пиличев,  
А. Н. Черепанов, И. А. Гофман. Заявл. 07.06.2010. Оpubл.  
20.12.2011.

*Реферат*

Применение: для создания зондов атомно-силовых, туннельных и конфокальных микроскопов. Сущность изобретения: Зонд для сканирующей микроскопии содержит основу зонда и прикрепленную к ней иглу, выполненную из монокристаллического нановолокна нитрида алюминия диаметром от нескольких десятков нанометров, на боковую поверхность которого нанесено металлическое напыление. Технический результат: возможность применения зонда в атомно-силовой, туннельной и конфокальной микроскопии.

*Описание изобретения*

Изобретение относится к области зондовой сканирующей микроскопии и может быть использовано при создании зондов для атомно-силовых, туннельных и конфокальных микроскопов.

Основное требование, предъявляемое к зондам сканирующих микроскопов, – это малая толщина зондирующей иглы. При этом иглы зондов атомно-силовых микроскопов должны отличаться также высокой механической прочностью, иглы зондов туннельной микроскопии – электропроводностью, а иглы зондов конфокальных микроскопов – прозрачностью для зондирующего света. Наибольшее распространение в атомно-силовой микроскопии получили иглы зондов, выполненные из керамических и поликристаллических материалов. Однако данные материалы, как правило, не отличаются электропроводностью и высокой прозрачностью и не могут эффективно использоваться в качестве материалов для игл зондов туннельных и конфокальных микроскопов. Иглы зондов туннельных микроскопов обычно выполняют из металлических проволок, не пропускающих свет и потому не пригодных для конфокальной микроскопии. Иглы зондов конфокальных микроскопов обычно выполняют из различных стекол, которые при своей прозрачности не имеют достаточно высокой прочности и не отличаются

электропроводностью. Таким образом, существует проблема создания эффективных игл зондов, отличающихся одновременно и высокими механическими показателями (прочностью), и высокой электропроводностью, и высокой прозрачностью. Решение этой задачи – основная цель предлагаемого изобретения. Один из возможных методов решения подобной задачи – это использование новых типов материалов – монокристаллических нановолокон или кристалловолокон, отличающихся как высокой прозрачностью (характерной для идеальных кристаллов), так и высокой механической прочностью, приближающейся к теоретическому пределу (в десятки раз выше, чем у обычных кристаллов за счет практически полного отсутствия дефектов). Подробное описание особенностей получения кристалловолокон и обобщение мирового опыта изучения их свойств представлен в работе [61]. Рассмотрим аналогии и прототип предлагаемого изобретения.

Известен зонд для сканирующей микроскопии (свидетельство на полезную модель №35579 РФ, МПК7 G12B21/02), содержащий основу зонда и образованные на его острие иглы в количестве от 1 до 50 штук с диаметром у основания от 10 до 30 нм, длиной от 10 до 300 нм и радиусом кривизны острия игл 0,7–2 нм из материала, имеющего поликристаллическую структуру. Известный зонд выполняют из алмаза или алмазоподобного материала, или кремния, или бора, или металла. Однако известный зонд пригоден только для атомно-силовой микроскопии и не может быть использован для туннельной микроскопии (из-за применения диэлектрических материалов) и для конфокальной микроскопии по причине того, что материал его игл имеет поликристаллическую структуру, обладающую плохой прозрачностью для света.

Известен зонд для сканирующей микроскопии (патент 2297054 РФ, МПК7 G12B21/00) на основе кварцевого резонатора, содержащий кварцевый резонатор с первым и вторым плечами, на которых закреплены соответственно первая и вторая иглы, которые закреплены в пазах плеч кварцевого резонатора. Существуют варианты, в которых пазы выполняют непосредственно в плечах кварцевого резонатора или слоях клея, полимеризованного на каждом плече. Возможны также варианты, в которых существует механическая связь между иглами или плечами. Однако известный зонд



не пригоден для использования в качестве зонда в туннельных и конфокальных микроскопах.

Известен зонд для сканирующей микроскопии (патент № 2289862 РФ, МПК G12B21/02), состоящий из консоли с укрепленной на одном ее конце иглой, закрепленной на чипе другой стороной. Известный зонд имеет проводящий слой на поверхности зонда со стороны иглы и пригоден для проведения измерений в режиме атомно-силового и туннельного микроскопа. Однако известный зонд не пригоден для использования в качестве зонда в конфокальных микроскопах.

Наиболее близким к заявляемому зонду является зонд для сканирующей микроскопии (патент 2266574 РФ, МПК G12B21/02), содержащий от 1 до 50 игл. Диаметр у основания от 10 до 30 нм. Длина от 10 до 300 нм. Радиус кривизны острия иглы 0,7–2 нм. Иглы образованы из материала, имеющего поликристаллическую структуру. Однако известный зонд пригоден только для атомно-силовой микроскопии и не может быть использован для туннельной микроскопии (из-за применения диэлектрических материалов) и для конфокальной микроскопии по причине того, что материал его игл имеет поликристаллическую структуру, обладающую плохой прозрачностью для света.

Задачей изобретения является создание зонда для сканирующей микроскопии, содержащего иглу, отличающуюся и высокой механической прочностью, и высокой электропроводностью, и высокой прозрачностью. Подобный зонд будет пригоден как для атомно-силовых, так и для туннельных и конфокальных микроскопов.

Задача решается за счет использования в качестве материала иглы зонда монокристаллического нановолокна нитрида алюминия, отличающихся высокой механической прочностью и прозрачностью в видимой области спектра, на боковую поверхность которого нанесено тонкое металлическое напыление.

Предлагаемый зонд для сканирующей микроскопии содержит основу зонда, прикрепленную к ней одну иглу диаметром от нескольких десятков нанометров до нескольких сотен и тысяч нанометров, выполненную из монокристаллического нановолокна нитрида алюминия, и металлическое напыление, нанесенное на боковую поверхность иглы зонда.

В случае использования предлагаемого зонда в атомно-силовом режиме игла зонда скользит по поверхности исследуемого образца, выдерживая различные механические нагрузки, возникающие из-за особенностей рельефа поверхности образца. Материал иглы зонда – нитрид алюминия – обладает высокой механической прочностью и не ломается, а сам зонд по показателю прочности не уступает используемым сегодня в атомно-силовой микроскопии зондам. В случае использования предлагаемого зонда в туннельном режиме работает металлическое напыление, нанесенное на боковую поверхность иглы зонда, обеспечивая сток туннелированных из образца зарядов. В случае использования предлагаемого зонда в конфокальном микроскопе игла зонда не касается поверхности исследуемого образца, но через нее на образец подается свет. Материал иглы предлагаемого зонда – кристалловолокно нитрида алюминия – обладает практически абсолютной прозрачностью в видимом диапазоне спектра. Таким образом, в зависимости от необходимого режима работы микроскопа (режим атомно-силовой, туннельной или конфокальной микроскопии) предлагаемый зонд обеспечивает надежную и эффективную работу.

При современном уровне развития техники изготовление тонкой иглы предлагаемого зонда из монокристаллического нановолокна нитрида алюминия возможно, например, методом газофазного синтеза (способ получения описан в патенте 2312061 РФ). Нанесение на боковую поверхность нановолокна металлического напыления тоже технически реализуемо, например известным методом эпитаксии.

#### *Формула изобретения*

Зонд для сканирующей микроскопии, содержащий основу зонда и прикрепленную к ней иглу, отличается тем, что игла выполнена из монокристаллического нановолокна нитрида алюминия диаметром от нескольких десятков нанометров, а на боковую поверхность волокна нанесено металлическое напыление.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Патентные исследования проведены в соответствии с Государственным стандартом РФ системы разработки и постановки продукции на производство ГОСТ Р 15.011-96 «Патентные исследования. Содержание и порядок проведения».

Проведенные патентные исследования еще раз подтвердили, что дозиметрические устройства для оценки поглощенной дозы методами термически и оптически стимулированной люминесценции в твердотельных детекторных материалах активно создаются и используются в последнее время. Разработки ведутся в разных направлениях, обеспечивающих повышение точности измерений и расширение областей использования твердотельных дозиметров.

По результатам проведенного патентного поиска при подготовке заявок на изобретение, выявлен ряд организации в России и за рубежом, занимающихся разработкой в области дозиметрических устройств. Высокая активность в патентовании своих разработок обнаружена у следующих организаций:

- УрФУ имени первого Президента России Б. Н. Ельцина (Россия);
- Закрытое акционерное общество «Интра» (Россия);
- ФГУП «АЭХК» (г. Ангарск, Россия);
- The Board of Regents for Oklahoma State University (США);
- Toshiba Glass Co., Ltd. (Япония);
- Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH (Германия);
- Landauer, Inc. (США), с участием Mark Akselrod;
- Sumitomo Electric Industries, Ltd. (Япония);
- The United States Secretary of the Navy (США);
- Battelle Memorial Institute (США).

В заключении хотелось бы еще раз подчеркнуть важность публикации описаний запатентованных разработок. Конечно же, описания изобретений есть и в открытом доступе, однако иногда сложно провести выборку изобретений по определенной тематике и определенной научной группе. Ценность подобных изданий заключается также не только в привлечении внимания к новым идеям и разработкам по выбранной тематике, но также и в популяризации инновационного подхода к научным исследованиям и повышению культуры в области защиты прав интеллектуальной собственности.

## СПИСОК БИБЛИОГРАФИЧЕСКИХ ССЫЛОК

1. Штольц В., Бернхард Р. Дозиметрия ионизирующего излучения: пер. с англ. Рига: Зинатне, 1982.
2. Botter-Jensen L., MacKeever S. W. S., Wintle A. G. Optically stimulated Luminescence Dosimetry. 2003, Elsevier. 374 p.
3. Контроль качества детекторов излучения для радиационной дефектоскопии / И. И. Мильман [и др.] // Дефектоскопия. 1996. № 11. С. 64–70.
4. Methods for in vivo dosimetry in external radiotherapy / Edited by: J. Van Dam and G. Marinello; Second edition: 2006. Reactualized version with respect to the references and the alternative methods available in 2005. ESTRO Mounierlaan. 87 p.
5. Пеленев В. Е, Кортон В. С. Экспериментальный комплекс для изучения глубоких ловушек дозиметрических анион-дефектных монокристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , Проблемы спектроскопии и спектрометрии // Межвузовский сборник. Екатеринбург, 1999. Вып. 3. С. 92–97.
6. Thermoluminescence in a scanning electron microscope / T. Schulz, M. Albrecht, K. Irmischer, C. Hartmann, J. Wollweber, and R. Fornari // Journal of Applied Physics, 2008. Vol. 104, Is. 8. P. 083710-083710-7.
7. Вохминцев А. С. Термолюминесценция в полосе 2,4 эВ облученных анионодефектных монокристаллов оксида алюминия : автор. диссертации канд. Физ.-мат. наук. Екатеринбург: УГТУ-УПИ, 2009.
8. Вохминцев А. С., Вайнштейн И. А. Модернизация измерительного комплекса для исследования люминесценции кристаллов // Науч. тр. VIII Отчетной конференции молодых ученых ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, часть 1, Екатеринбург, 2005. С. 143–144.
9. Семендяев С. В. Свойства кристаллофосфоров на основе стронциевых алюминатов и иттриевых оксисульфидов : автореф. диссертации канд. Физ.-мат. наук. М., 2009.
10. Карцев И. С. Методы повышения точности измерений термолюминесцентных дозиметров // Инженерная физика. 2008. №4. С. 50–52.
11. Пленочные термолюминесцентные детекторы для лучевой терапии и радиобиологии // Мед. физ. 2008. №2. С. 76–77.

12. Оптически стимулированная люминесценция кристаллов  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , облученных протонами // Письма в журнал технической физики. 2008. Т. 34, вып. 18. С. 83–88.
13. Алукер Н. Р., Применение натрий-силикатного стекла в качестве материала для термолуминесцентной дозиметрии // Известия вузов. Физика. 2003. С. 12.
14. Comparative performance testing Harshaw 8800 and KDT-02M TLD systems // Radiat. Prot. Dosim. 2002. 100, #1–4. P. 593–596.
15. Two-dimensionale thermoluminescence dosimeters // Radiat. Prot. Dosim. 2006. 120, #1–4, P. 129–132.
16. Соболев Б. П. / Механический синтез нанокристаллов нестехиометрической флюоритовой фазы  $\text{Ca}_{1-x}\text{La}_x\text{F}_{2+x}$  из кристаллов  $\text{CaF}_2$  и  $\text{LaF}_3$  // Кристаллография. 2005. Т. 50, № 3. С. 524–531.
17. Mode analysis in  $\text{He}^+$ -implanted lithium fluoride planar waveguides / Mussi [et al.] // Appl. Phys. Lett. 2003. V. 82. P. 3886;
18. Получение нанокристаллов фторида натрия методом лазерной абляции / Б. В. Шульгин [и др.] // Материаловедение. 2006. № 3. С. 43–47.
19. Люминесценция объемных, волоконных и наноразмерных кристаллов  $\text{LiF}$  и  $\text{NaF}$  / А. Н. Черепанов [и др.] // Проблемы спектроскопии и спектрометрии: межвуз. сб. науч. тр. Екатеринбург. УГТУ-УПИ, 2006. Вып. 22. С. 92–93.
20. Оценка размеров нанокристаллов фторида лития, полученных методом лазерной абляции на диэлектрической подложке / А. Н. Черепанов [и др.] // Проблемы спектроскопии и спектрометрии: межвуз. сб. науч. тр. Екатеринбург. УГТУ-УПИ, 2006. Вып. 22. С. 131–160.
21. Photoluminescence properties of  $\text{NaF:U,Cu}$  bulk and fiber crystals / V. Ivanov [et al.] // Optical materials. 2006. Vol. 28. P. 1123–1127.
22. Luminescence Spectroscopy of  $\text{NaF:U}$  bulk and fiber crystals / B. V. Shulgin [et al.] // Journal of Luminescence. 2007. Vol. 125, Iss. 1–2. P. 259–265.
23. Люминесценция ионов урана в кристаллах фторида натрия / А. Н. Черепанов [и др.] // Проблемы спектроскопии и спектрометрии: межвуз. сб. науч. тр. Екатеринбург: УГТУ–УПИ, 2006. Вып. 22. С. 25–74.
24. Соломонов В. И., Михайлов С. Г. Импульсная катодолюминесценция и ее применение для анализа веществ. Екатеринбург: УрО РАН, 2003. 183 с.

25. Получение низкоразмерных кристаллов фторида натрия / Ю. Ю. Упорова [и др.] // Проблемы спектроскопии и спектрометрии. Екатеринбург: УГТУ-УПИ, 2007. Вып. 23. С.83–103.
26. Термостимулированная экзоэлектронная эмиссия кристаллов фторидов лития и натрия, активированных ураном/ А. И. Слесарев [и др.] // Письма в ЖТФ. 2000. Т. 20, вып. 9. С. 60–62.
27. TSEE (and TSL) of NaU-U,Me compounds after electron beam irradiation M. M. Kidibaev [et al.] // Проблемы спектроскопии и спектрометрии : межвуз. сб. науч. тр. Екатеринбург: УГТУ-УПИ, 2005. Вып. 23. С. 187–192.
28. Neutron, ion and electron Induced defects In activated LiF and NaF Single crystals / B. V. Shulgin [et al.] // Phys.stat.sol. 2007. Vol. 4, № 3. P. 1126–1129.
29. Limitation of the paired LiF TLD 600, 700 Technique for The estimation of gamma ray dose in mixed n- $\gamma$  radiation fields: The effect of thermal neutrons / Y. S. Horowitz [et al.] // Nucl. Instr. and Methods. 1970. V. 160. P. 317–320.
30. Шавер И. Х., Кронгауз В. Г. Термолюминесцентный метод дозиметрии нейтронов // Люминесцентные приемники и преобразователи ионизирующего излучения. Новосибирск: Наука. Сибир. отд-ние, 1985. С. 61–72.
31. О термолюминесценции кристаллов NaF:U, облученных реакторными нейтронами / Б. В. Шульгин [и др.] // Проблемы спектроскопии и спектрометрии : межвуз. сб. науч. тр. Екатеринбург: УГТУ-УПИ, 2008. Вып. 24. С. 132.
32. Люминесценция объемных, волоконных и наноразмерных кристаллов LiF и NaF / А. Н. Черепанов [и др.] // Екатеринбург. УГТУ-УПИ, 2006. С. 33–78.
33. Акимов Ю. К. Фотонные методы регистрации излучения. Дубна: ОИЯИ, 2006. 281 с.
34. Studies of a proximity focusing RICH with aerogel radiator / T. Matsumoto [et al.] // Nucl. Instr. Meth. A. 2004. V. 518. P. 582.
35. The DIRC detector at BaBar / I. Adam [et al.] // Nucl. Instr. Meth. A. 1999. V. 433. P. 121.
36. Старков Н. И. Анализ изображений RICH-детектора с помощью нейронной сети : препринт / Физический институт им. П. Н. Лебедева РАН. М., 2003. 14 с.

37. Моделирование RICH-детектора AMS и реконструкция кинематических параметров регистрируемых частиц / К. В. Александров [и др.] // Математическое моделирование. 1997. Т. 9, № 11. С. 33–45.
38. Acosta et al D. Lateral Shower Profiles In a Lead Sciufillating-Fiber Calorimeter // NIM A. 1992. Vol. 316. P. 184.
39. Группен Клаус. Детекторы элементарных частиц : справочное издание. Новосибирск: Сибирский хронограф, 1999. 408 с.
40. Радиационно-термическое модифицирование циркониевой керамики / Ю. М. Анненков [и др.] // Физика и химия обработки материалов. 1998. №2. С. 18–22.
41. Наноструктурирование поверхности металлокерамических и керамических материалов при импульсной электронно-пучковой обработке / Н. Н. Коваль, Ю. Ф. Иванов // Изв. вуз. Физика. 2008. №5. С. 60–70.
42. Особенности синтеза керамик на основе альфа-оксида алюминия с субмикронной структурой, легированных магнием и титаном / В. В. Иванов [и др.] // Неорганические материалы. 2001. Т. 37, №2. С. 248–256.
43. Рентгеноэмиссионное исследование электронной структуры нанокристаллического  $\text{Al}_2\text{O}_3$  / Д. А. Зацепин [и др.] // Физика твердого тела. 2004. Т. 46, вып.11. С. 2064–2068.
44. Botter-Jensen L., MacKeever S. W. S, Wintle A. G. Optically stimulated Luminescence Dosimetry. Elsevier, 2003. P. 6, Fig. 1.2.
45. Thermoluminescence in a scanning electron microscope / T. Schulz [et al.] // Journal of Applied Physics. 2008. Vol. 104, Is. 8. P. 083710-083710-7.
46. Шрам Э., Ломбер Р. Органические сцинтилляторы. М.: Атомиздат, 1967. 184 с.
47. Прайс В. Регистрация ядерного излучения. М.: ИИЛ, 1960. 464 с.
48. Кортон В. С. , Мильман И. И. , Никифоров С. В. Твердотельная дозиметрия // Известия ТПУ. 2000. Т. 303, вып. 2. С. 35–45.
49. Berger L. I. Semiconductor materials // CRC Press. 1997. P. 123–124.
50. Перспективы использования высокотеплопроводной керамики из нитрида алюминия в космическом приборостроении / В. И. Костенко [и др.]. URL: <http://www.iki.rssi.ru/seminar/tarusa200406/3-19.pdf>. Дата обращения 01.07.2013.

51. Optical Properties of AlN Single Crystals in the Energy Region 3 to 40 eV / V. V. Michailin [et al.] // *Physica Status Solidi (b)*. 1973. Vol. 55. P. K 51.
52. Stimulated luminescence of AlN ceramics induced by ultraviolet radiation / L. Trinkler, L. Bøtter-Jensen, P. Christensen and B. Berzina // *Radiation Measurements*. 2001. Vol. 33, Is. 5. P. 731–735.
53. Контроль качества детекторов излучения для радиационной дефектоскопии / И. И. Мильман [и др.] // *Дефектоскопия*. 1996. № 112. С. 64–70.
54. Milman I. I., Kortov V. S., Nikiforov V.V. An interactive process in the mechanism of the thermally stimulated luminescence of anion-defective  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> crystals // *Radiation Measurements*. 1998. Vol. 29, Is. 3–4. P. 401–410.
55. Горн Л. С., Хазанов Б. И. Современные приборы для измерения ионизирующих излучений. М.: Энергоатомиздат, 1989. 232 с.
56. Иванов В. И. Курс дозиметрии. М.: Атомиздат, 1970. 392 с.
57. Неорганические сцинтилляционные материалы / Л. В. Викторов [и др.] // *Изв. АН СССР. Неорг. материалы*. 1991. Т. 27, № 10. С. 2005 – 2029.
58. Фотодиодные сцинтилляционные детекторы (Photodiode Scintillation Detectors SRD–200) : проспект фирмы «SCIONIX Holland». Holland, 1992. 2 с.
59. Тинг С. Установка ЛЗ, ЛЭП (ЦЕРН) : препринт. Л.: ЛИЯФ, 1987. 52 с.
60. Пластмассовый сцинтилляционный детектор СПС-Т4А : рекламный листок Сухумского ФТИ. Сухуми, 1990.
61. Выращивание кристалловолокон из расплава / под ред. Т. Фукуда, П. Рудольф, С. Уда; пер. с англ. А. Н. Черепанова и А. В. Ищенко; под ред. и с предисл. д-ра физ.-мат. наук проф. Б. В. Шульгина. М.: Физматлит, 2009. 368 с.



*Для заметок*

*Научное издание*

# **НИЗКОРАЗМЕРНЫЕ ДЕТЕКТОРНЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ УСТРОЙСТВ РАДИАЦИОННОЙ ФИЗИКИ**

Редактор *И. В. Коршунова*

Компьютерная верстка *А. В. Ищенко,  
И. Б. Дорошева,  
А. С. Косых*

Подписано в печать 27.12.2013. Формат  $60 \times 90^{1/16}$ .  
Бумага типографская. Плоская печать. Усл. печ. л. 11,5.  
Уч.-изд. л. 9,71. Тираж 50 экз. Заказ 1511.

Редакционно-издательский отдел ИПЦ УрФУ  
620049, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 5  
Тел.: 8 (343) 375-48-25, 375-46-85, 374-19-41  
E-mail: rio@urfu.ru

Отпечатано в Издательско-полиграфическом центре УрФУ  
620075, Екатеринбург, ул. Тургенева, 4  
Тел. +7 (343) 350-56-64, 350-90-13  
Факс +7 (343) 358-93-06  
E-mail: press-urfu@mail.ru